

Der Einfluß der Targetdicke auf die spektrale Verteilung der Bremsstrahlung einer Elektronenschleuder*

Von GERHARD LUCK

Mit 5 Textabbildungen

(Eingegangen am 13. Oktober 1960)

1. Einleitung

Das Studium der Bremsstrahlung eines Betatrons von großem theoretischen und praktischen Interesse. Während die meisten experimentellen Untersuchungen an endlich dicken Targets durchgeführt werden, setzen die theoretischen Arbeiten über den differentiellen Wirkungsquerschnitt der Bremsstrahlung Antikathoden von wenigen Angströmeinheiten voraus. Man spricht von „unendlich dünn“ Targets und versteht allgemein darunter solche Targets, bei denen noch keine merkliche Streuung der beschleunigten Elektronen erfolgt. Haben die stoßenden Elektronen relativistische Energien und besteht das Target aus einem Material von niedriger Ordnungszahl, so können bisweilen noch Folien der Größenordnung 10^{-4} cm als unendlich dünn angesehen werden.

Experimentelle Untersuchungen an endlich dicken Targets sind einfacher durchzuführen als solche an sehr dünnen Schichten. Die theoretische Behandlung endlich dicker Antikathoden ist dagegen nur näherungsweise möglich. Die komplexen Vorgänge der Streuung und Selbstabsorption in solchen Targets erfordern eine korrekte mathematische Behandlung und Berechnung des Wirkungsquerschnittes. Aus diesem Grunde teilte LAWSON [1] die möglichen Antikathodendicken in vier Bereiche ein, die sich einzeln thematisch einfacher erfassen ließen.

In den Dickenbereich 1 ordnete er die unendlich dünnen Targets ein, von der allgemeine Theorie der kontinuierlichen Spektren der Röntgen- und Bremsstrahlung ausgeht. KRAMERS [2] entwickelte erstmals auf klassischem Wege die zugehörige theoretische Fassung; sie wurde später von WENTZEL [3] vervollständigt. Die quantentheoretische Formulierung erfolgte im wesentlichen von BETHE [4] und DIRAC [5] sowie SOMMERFELD [6]. Zur numerischen Auswertung gaben ROSSI und GREISEN [7] — und in der Zugrundelegung einer vereinfachten Modellvorstellung SCHIFF [8] — Formeln an.

Der Dickenbereich 2 nach LAWSONs Einteilung ist theoretisch sehr schwierig zu behandeln. Der Grund hierfür ist die einsetzende merkliche Streuung der beschleunigten Teilchen im Target. Dominiert diese Streuung, wird glücklicherweise die mathematische Beschreibung wieder einfacher. LAWSON spricht dann vom Dickenbereich 3. Es ist der Bereich, der die größte praktische Bedeutung besitzt. Fast sämtliche Betatargets gehören ihm an.

Im Dickenbereich 4 beschließen die sehr dicken Targets, in denen schon Selbstabsorption zusätzlich auftritt, die LAWSONsche Einteilung. Die theoretische Behandlung dieses Bereiches ist ebenfalls kompliziert.

2. Kurze Beschreibung der Versuchsanordnung

Die vorliegenden Messungen wurden an einer eisenlosen Elektronenschleuder mit einer Maximalenergie von etwa 1 MeV durchgeführt [9]. Als Antikathodenmaterial diente Platinfolie verschiedener Stärke. Die erzeugte Bremsstrahlung traf auf einen Szintillationszähler, löste im NaJ(Tl)-Szintillator Photo- und Compton-Elektronen aus, die integral registriert wurden [10]. Das Energieauflösungsvermögen des Spektrometers betrug 9% für die Cs^{137} -Linie; die Linearität wurde vorher experimentell überprüft. Die relative Anzeigegenauigkeit des integral registrierenden Spektrometers war sehr gut, die Meßdauer betrug maximal 3 Minuten für die Aufnahme eines Bremspektrums. Die kurze Meßzeit trug wesentlich zur Meßgenauigkeit bei, da die Schleuder über längere Zeiten energie- und intensitätsmäßig instabil arbeitete.

Lediglich die numerische Auswertung der Spektren — die Entflechtung der Photo- von den Compton-Impulsen unter Berücksichtigung der energieabhängigen Ansprechempfindlichkeit des Szintillators — war zeitraubend und erforderte einige Vorversuche.

Der langwellige Teil des Spektrums unterhalb 100 keV wurde nicht ausgewertet, da bereits die Absorption der Toroidwandung merklich in Erscheinung trat. Außerdem traten die störenden escape-peaks des Szintillators und die charakteristische Strahlung des Platintargets zusätzlich auf.

Das Gammaspektrometer wurde elektronisch nur für die Dauer der periodisch wiederkehrenden Ausstrahlzeit empfindlich getastet. Synchron mit der Strahlungsperiode von 50 Hz des Betatrons registrierte das Spektrometer nur innerhalb einiger Mikrosekunden die Impulse vom Zählerausgang. Dadurch wurden praktisch fremde Störstrahlungen (Höhenstrahlung und die Strahlung des radioaktiven K^{40} im NaJ(Tl)-Szintillator) völlig unterdrückt.

3. Die Energieverteilung der Bremsstrahlung endlich dicker Antikathoden

Von vorwiegend praktischem Interesse ist die Abhängigkeit der Intensität I_b von der Targetdicke. An fünf verschieden starken Platinfolien des dritten LAWSONschen Dickenbereiches wurde die relative Intensität in Abhängigkeit von der Relativenergie

* Auszug aus der Promotionsarbeit über die Verteilung der Bremsstrahlung eines 10 kHz-Betatrons, Friedrich-Schiller-Universität Jena 1959.

gemessen. Um die funktionelle Abhängigkeit zwischen Intensitäten, Targetdicken und Energien, wie sie Abb. 1 zeigt, in eine leicht übersehbare Form zu bringen, wurden alle Intensitätswerte der jeweiligen Messung auf die für die relative Energie $v=0,15$ gefundene Intensität normiert. Dadurch geht zwar in der Darstellung verloren, daß bereits bei $25\ \mu$ dicken Targets die Gesamtintensität etwas absinkt, doch wird dieser Einfluß in einer der folgenden Darstellungen

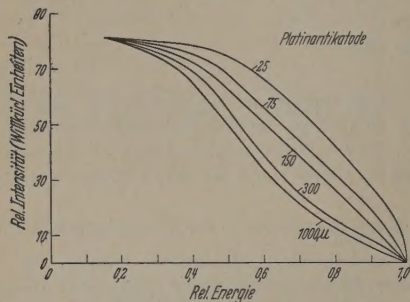


Abb. 1. Normierte Intensität in Abhängigkeit von der Relativenergie v . Als Parameter ist die Targetdicke eingetragen

besonders behandelt. In der Abbildung erkennt man eine deutliche Beeinflussung der Strahlungsqualität durch die unterschiedlich dicken Targets. Wählt man die Antikathode zu dick, so beschneidet man unnötig

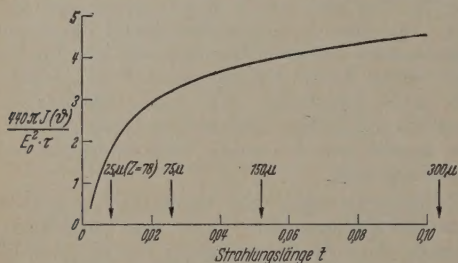


Abb. 2. Gesamtintensität als Funktion der Targetdicke (nach LAWSON)

die hohen Energieanteile. Zu dünne Targets geben dagegen Anlaß zu merklich geringeren Absolutintensitäten.

Für Elektronenenergien größer oder gleich 5 MeV berechnete LAWSON die Abhängigkeit der Intensität von der Targetdicke t . Ohne auf die gesamte Ableitung einzugehen, sei nur das Endergebnis angegeben. LAWSON fand, daß die in Richtung θ ausgestrahlte Intensität $I(\theta)$ proportional ist dem Quadrat der Elektronenenergie E_0 , dem Logarithmus von t und dem relativen Wirkungsquerschnitt τ für die Erzeugung der Bremsstrahlung. Es gilt:

$$I(\theta) = \frac{E_0^2 \cdot \tau}{440 \cdot \pi} \cdot \ln(950 \cdot t). \quad (1)$$

Dieses Ergebnis gilt nur für den dritten Dickenbereich, der Strahlungslängen t einschließt, die zwischen $5 \cdot 10^{-3}$ bis 10^{-1} liegen. Die sog. Strahlungslänge t folgt aus der Fermischen Beschreibung des mittleren Strahlungsverlustes pro durchstrahlten Längenelement dx . Sie ist umgekehrt proportional dem Quadrat der Ordnungszahl Z und der Zahl der Atome pro cm^3 . Da Z in erster Näherung proportional dem Atomgewicht A ist, so resultiert für die Strahlungs-

länge folgender Zusammenhang:

$$t = \frac{\text{const}}{Z \cdot \rho}; \quad \rho = \text{Targetdichte}. \quad (2)$$

Für Platin beträgt die Strahlungslänge $t=0,29\ \text{cm}$. Mit Hilfe von Formel (1) ist eine Berechnung der Intensitätsverläufe in Abhängigkeit von t möglich. Die benutzten Platindicken sind in Strahlungslängen umzurechnen. Obgleich die Beziehung (1) nur für $E_0 \geq 5\ \text{MeV}$ ($E_0 \gg mc^2$) gilt, so gibt ihr Verlauf auch für Energien der Größenordnung 1 MeV die Verhältnisse zumindest qualitativ richtig wieder. Die Gesamtintensität als Funktion der Targetdicken zeigt Abb. 2 in graphischer Darstellung. Sehr aufschlußreich ist die logarithmische Form der Darstellung. Sie besagt, daß der größte Strahlungsteil von den obersten Targetschichten herrührt! Eine Vergrößerung über Dickenwerte von $t=0,03$ bis $0,04$ bringt keine wesentlichen Intensitätssteigerungen mehr. Bei Platintargets entspricht das einem Dickenbereich von 87 bis $116\ \mu$. Da an der vorliegenden Elektronenschleuder $E_0 \sim mc^2$ statt $E_0 \gg mc^2$ gilt, so sind in diesem Falle für praktische Verhältnisse geringfügig kleinere Platindicken zu empfehlen.

Bei sehr großen Targetstärken macht sich die Selbstabsorption der Gammastrahlung in der Antikathode bemerkbar. So fällt der Kurvenverlauf in Abb. 2 bei größeren t -Werten wieder exponentiell ab. Experimentell konnte der dargestellte Verlauf qualitativ bestätigt werden. Da jedoch die Intensitätsschwankungen der Schleuder ziemlich groß waren, mußte auf genauere Intensitätsmessungen verzichtet werden, die über längere Zeiträume erfolgten.

4. Die Winkelverteilung der Bremsstrahlung

Die in der Elektronenschleuder erzeugte Gammastrahlung ist stark nach vorn gerichtet. Je größer die Elektronenenergie E_0 ist, um so stärker erfolgt die Bündelung in Vorwärtsrichtung.

In dickeren Antikathoden findet auch eine merkliche Streuung der Elektronen statt. Der Röntgenstrahl wird verbreitert. Für unendlich dünne Targets im Sinne der Theorie beträgt der Öffnungswinkel des Strahlenkegels in erster Näherung $mc^2 \cdot E^{-1}$. Das gilt für extrem relativistische Energien.

Um die Intensitätsschwankungen der Schleuder bei der Messung der Winkelverteilung zu eliminieren wurde ein zusätzlicher Geiger-Zähler benutzt, der als Monitordetektor während der Meßzeit in Richtung maximaler Intensität die Schwankungen der Schleuder registrierte. Sämtliche Messungen der übrigen Winkelstellungen wurden auf diesen Intensitätswert bezogen. So erzielte man eine Verteilung der Intensitäten über die Winkel in normierter Form, von der bekanntlich auch die Theorie ausgeht. Intensitätsschwankungen der Schleuder über größere Zeiträume wurden dadurch ausgeschaltet. Es blieb nur der statistische Fehler des Zählvorganges. Das Ergebnis der Messungen für einige Targetdicken zeigt die Abb. 3. Überraschender Weise war die Winkelverteilung nicht symmetrisch. Mehrere Kontrollmessungen am gleichen Target ergaben stets dasselbe Resultat.

Die Ursache dieser Winkel-Intensitäts-Unsymmetrie ist eine nicht monoenergetisch wirksame Elektronenenergie. Je dicker das Target ist, um so mehr Elektronen werden merklich gebremst. D

Verteilung der ausgestrahlten Maximalintensität liegt in letzteren bevorzugt zu größeren Winkelwerten. Dieser Einfluß führt zu einer differentiellen Trennung der Energien für verschiedene Ausstrahlwinkel. Die Vermutung von KOLLATH [11], „es könnte außerdem in dickeren Antikathoden auch eine gewisse Abhängigkeit zwischen Röntgenstrahlrichtung und Energieverteilung in dem Sinne bestehen, daß in der Vorwärtsrichtung mehr energiereiche Strahlung vorhanden ist, als unter größeren Winkeln“, erfährt damit für den untersuchten Energiebereich eine eindeutige Bestätigung. Diese differentielle Trennung läßt sich schließlich in dem Übergangsbereich zu relativistischen Energien besonders gut beobachten.

5. Die Strahlungsgüte eines Betatrons

Aus den vorhergehenden Ausführungen wurde ersichtlich, wie stark der Einfluß der Targetdicke auf die Strahlungsqualität und die Strahlverbreiterung einer Elektronenschleuder ist. Um den Schwerpunkt der Energieverteilung zu möglichst hohen Energien zu verschieben und um keinen breiten Strahlenkegel zu erhalten, sind möglichst dünne Antikathoden zu verwenden. Andererseits nimmt bei zu dünnen Targets die Gesamtintensität stark ab. Damit diese einander gegenwirkenden Faktoren für den praktischen Verwendungszweck eine maximale Wirkung ergeben, ist offensichtlich die richtige Wahl des Antikathodenmaterials und seiner Dicke von Bedeutung. Da die Intensität der erzeugten Bremsstrahlung quadratisch mit der Ordnungszahl abhängt, kommen als Targets für schwere Metalle in Frage. Die Umsetzung der Elektronenenergie in Röntgenstrahlung geht bei den hohen Energien normaler Elektronenschleudern mit dem Wirkungsgrad vor sich. So ist der Anteil der Wärmeenergie in einem Betatron geringer als der einer Röntgenröhre. Außerdem sind die im Betatron auftretenden Strahlungsleistungen durchschnittlich um einen Faktor 10^2 bis 10^3 kleiner. Die Wärmeleitfähigkeit des Targets braucht daher keine besonders hohen Werte anzunehmen.

Das könnte zu der Schlußfolgerung verleiten, Blei oder gar Uran als Antikathodenmaterial zu wählen. In Uran würde man gegenüber Wolfram theoretisch eine Steigerung der Gesamtintensität um rund 35% erzielen können. Trotzdem verwendet man als Betatarget ein Metall der Platingruppe, meist Platin selbst. Finanzielle Erwägungen bezüglich des Metallpreises kommen kaum in Betracht, da ein Betatron nur wenige Gramm schwer ist. Das richtige Verständnis für die Wahl des Targetmaterials folgt vielmehr aus der Beziehung (2), welche die Strahlungslänge charakterisiert. Um die Forderungen nach möglichst kleiner Targetdicke und dennoch hoher Gesamtintensität zu erfüllen, ist anschaulich gesprochen, ein kompaktes Material zu bevorzugen. Theoretisch gesprochen: Die Strahlungslänge muß minimal sein. Nach Formel (2) läuft das auf ein Maximum von λ_0 hinaus. Tatsächlich erfüllen Metalle der Platingruppe diese Forderung von allen Elementen des periodischen Systems am besten. Abb. 4 zeigt dies in einem engen Bereich nochmals anschaulich. Zu diesem Zweck wurden für die dargestellten Elemente die Strahlungslängen errechnet und als Funktion der Ordnungszahl Z aufgetragen. Deutlich ergibt sich dann ein ausgeprägtes Minimum des Funktionsverlaufes.

Eine Frage bleibt aber noch offen. Wie beurteilt man am besten die Strahlungsgüte eines Betatrons? Gewöhnlich bewertet man in dieser Hinsicht eine Elektronenschleuder nach ihrer maximal abgebbaren Dosisleistung in 1 m Fokusabstand und Strahlenmitte. So fordert man normalerweise von einem kräftigen Betatron mit einer Endenergie von 30 MeV ungefähr

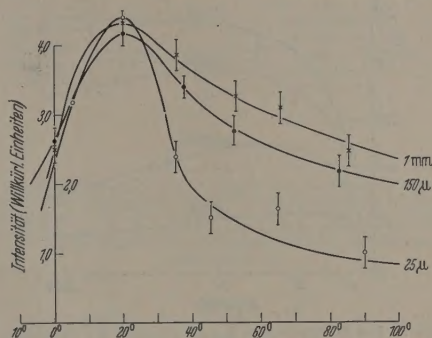


Abb. 3. Winkelverteilung der Intensität der Bremsstrahlung (10 kHz-Schleuder)

100 Röntgen pro Minute in 1 Meter Fokusabstand [11]. Für praktische Fälle genügt in erster Näherung diese Charakterisierung der Strahlungsgüte durch die erzeugte Dosisleistung. Die Messung dieser Größe ist relativ einfach und schnell durchführbar. Aber

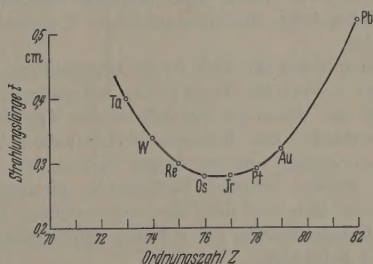


Abb. 4. Die Strahlungslänge als Funktion der Ordnungszahl

einen Nachteil hat diese Methode. Die Dosismessung erfaßt alle Quantenenergien integral; sie gibt daher keinen detaillierten Einblick über den Anteil der so wichtigen hochenergetischen Strahlungskomponente des Gesamtspektrums. Obwohl die Dosisleistung mit steigender Energie ebenfalls zunimmt, so bietet eine integrale Messung doch keine Sicherheit, ob diese Erhöhung der Dosisanzeige nicht etwa durch eine entsprechend starke Zunahme von kleineren Quantenenergien herrührt. Die spektrale Verteilung der Bremsstrahlung als Grundlage für eine Beurteilung der Strahlungsgüte führt dagegen zu einem eindeutigen Verfahren. Die Abb. 1 allein ergibt noch kein richtiges Bild, da hier alle Intensitäten in normierter Form dargestellt wurden. Erst mit Abb. 2 und den normierten Intensitäten gelingt es, eine eindrucksvolle Darstellung davon zu zeigen, wie die Targetdicke die Strahlungsgüte beeinflusst. Dazu Abb. 5, in der als Ordinate die Werte

$$G_{\text{str}} = I_v \cdot I_{\text{gesamt}} = I_v \cdot \frac{440 \cdot I(\theta)}{E_0^2 \cdot \tau} \quad (3)$$

wiedergegeben wurden.

In I_{gesamt} steckt der Einfluß der Elektronenendenergie E_0 (charakterisiert den Umwandlungsgrad in

Röntgenstrahlung) und der Einfluß der Ordnungszahl. In I_v dagegen ist die Wirkung der Targetdicke enthalten. In Abb. 5 treten deutliche Maxima auf, die sich für größere v -Werte zu kleineren Targetdicken verschieben. Das ist nichts anderes als ein Ausdruck dafür, daß sich der Anteil hochenergetischer Quanten nur durch dünnere Antikathoden vergrößern läßt.

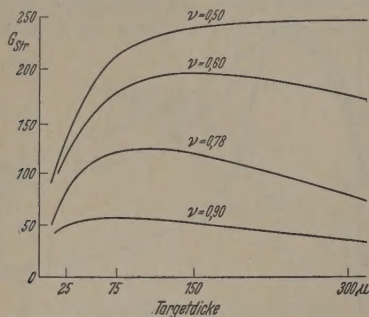


Abb. 5. Das Produkt von $I_v I_0$ als Funktion der Targetdicke

Um zu einem allgemeinen vergleichbaren Kennwert für ein Gütemaß verschiedener Elektronenschleudern hinsichtlich ihrer Strahlungsgüte zu gelangen, wäre es notwendig, sich auf einen festen v -Wert zu einigen, für den das Betatron maximal arbeiten soll. Das könnte z. B. $v=0,8$ sein. Dann hat man sofort ein Gütemaß zur Hand, wenn man das Maximum der Kurve betrachtet, deren zugehöriger Parameterwert $v=0,8$ ist.

Zugleich liefert die Abb. 5 eine Darstellung, aus der für diesen v -Wert die Targetdicke am günstigsten zu bemessen ist. Dazu ist keinesfalls die Kenntnis des Gesamtverlaufes des Bremsspektrums einer Targetdicke notwendig, um zu dieser Kennziffer zu gelangen. Bereits wenige Meßpunkte genügen. So würde nach Abb. 5 in dem hier untersuchten Beispiel für die Relativenergie $v=0,8$ eine Platinstärke von rund 80μ gefordert.

Zusammenfassung

Die Energieverteilung der Bremsstrahlung endlicher dicker Targets zeigte die erwarteten Verschiebungen der Intensitäten vom kurzwelligen in den langwelligen Teil des Spektrums. Im wesentlichen wurden Target des dritten Lawsonschen Dickenbereiches vermessen. Es ist der für den praktischen Betrieb eines Betatron wichtigste Bereich.

Die Gesamtintensität der Bremsstrahlung als Funktion der Winkelstellung zeigte eine deutliche unsymmetrische Verteilung besonders für größere Targetdicken. In dem hier untersuchten schwach relativistischen Energiebereich läßt sich diese Unsymmetrie gut nachweisen.

Bei der Frage nach der günstigsten Bemessung eines Targets für den praktischen Betrieb wurde versucht, die Strahlungsgüte einer Elektronenschleuder genauer zu erfassen als dies bisher erfolgte. Statt der integralen Dosisleistungsmessung sollte besser das Bremsspektrum als Funktion verschiedener Targetstärken aufgenommen werden.

Die vorliegende Arbeit wurde im Rahmen einer wissenschaftlichen Aspirantur an der Friedrich Schiller-Universität durchgeführt. Die zu den experimentellen Untersuchungen notwendigen Mittel wurde mir von Herrn Professor Dr. ECKARDT zur Verfügung gestellt.

Literatur: [1] LAWSON, J. D.: *Nucleonics* **10**, 61 (1952). — [2] KRAMERS, H. A.: *Phil. Mag.* **46**, 836 (1923). — [3] WENZEL, G.: *Z. Physik* **27**, 257 (1924). — [4] BETKE, H. A., W. HEITLER: *Proc. Roy. Soc., Lond.* **146**, 83 (1934). — [5] HEITLER, W.: *Quantum Theory of Radiation*. Oxford 1946. — [6] SOMMERFELD, A.: *Atombau und Spektrallinien*. Bd. 2. — [7] ROSSI, B., and K. GREISEN: *Mod. Phys.* **13**, 24 (1941). — [8] SCHIFF, L. J.: *Phys. Rev.* **83**, 252 (1951). — [9] HENTZE, G.: *Diss. Univ. Jena* 1954. — [10] LUCK, G.: *Diss. Univ. Jena* 1959. — [11] KOLLATH, R.: *Teilchenbeschleuniger*, S. 45. Braunschweig: F. Vieweg & Sohn 1955.

Dr. GERHARD LUCK,
Jena, Lassallestraße 6

Kompensation von Schwankungen der Generatorfrequenz bei Elektronenresonanzspektrometern

Von ALBRECHT REDHARDT

Mit 8 Textabbildungen

(Eingegangen am 1. Dezember 1960)

1. Einleitung

Die Anwendung von Elektronenresonanzmessungen zur Untersuchung von Radikalzwischenstufen in der Biochemie und von Strahlwirkungen an Eiwirkörpern oder höheren biologisch interessanten Systemen bei physiologischen Dosen ionisierender Strahlen setzt höchste Empfindlichkeit des Spektrometers voraus (vgl. PIETTE [3]).

Es ist hierbei anzustreben, daß die Nachweisempfindlichkeit der Anordnung lediglich durch die Rauschzahl des verwendeten Empfängers bestimmt wird.

Die tatsächlichen Verhältnisse in einer Reflexionsanordnung (Abb. 1) ergeben sich dagegen aus Gl. (1) (vgl. hierzu FEHER [1], REDHARDT [2]).

$$\left. \begin{aligned} \sqrt{N_r} \left(\frac{\Delta\omega}{\omega} \right) \\ = \sqrt{N_H} \left\{ 2\pi\eta\chi'' + \left(\frac{\Delta\omega}{\omega} Q \right)^2 + j \left(\frac{\Delta\omega}{\omega} Q \right) \right\} + \sqrt{N_0} \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

N_r bedeutet hierin die vom Resonator reflektierte Hochfrequenzleistung, N_H die Leistung der hinlaufenden und im Resonator praktisch vollständig absorbierten Welle, Q den Gütefaktor des Resonators bei vernachlässigter Koppeldämpfung, $\Delta\omega/\omega$ die relative Abweichung der Klystronfrequenz von der Resonanzfrequenz, wobei $\Delta\omega/\omega \ll 1$ angenommen ist, $\sqrt{N_0}$ die Realteilvorspannung, η den Füllfaktor des Resonators und χ'' die der Elektronenresonanz zugeordnete Suszeptibilität.

Es wird weiter auch im folgenden angenommen, daß der Resonator nahezu (vgl. [1]) angepaßt ist.

Zur Untersuchung des Einflusses von Frequenzschwankungen wird im folgenden $\chi''=0$ angenommen, entsprechend einem Magnetfeld, das weit genug von der Elektronenresonanz entfernt ist, weiter wird als Realteilvorspannung $N_0 = 100 k T_0 \Delta f$, $\Delta f = 50 \text{ Hz}$ zugrunde gelegt.

Abb. 2 zeigt als Ergebnis die Änderung der vom Resonator reflektierten Welle in Einheiten $\sqrt{kT_0 \Delta f}$, wenn sich die Klystronfrequenz von der Resonanzstimmung ($\Delta\omega=0$) um einen Wert $\Delta\omega$ entfernt. Man erkennt, daß erst für Frequenzschwankungen unter $5 \cdot 10^{-12}$ die zugehörigen Schwankungen der reflektierten Welle innerhalb der Boltzmannschen verfügbaren Rauschleistung bleiben. Die Kurzzeitstabilitäten der besten, zur Zeit verfügbaren Stabilisierungsgeräte für Klystrons (Fa. Schomandl, KG, München), tragen dagegen 10^{-9} bis 10^{-10} . Aus diesem Grund wird im folgenden eine Kompensationsanordnung beschrieben, deren Frequenzempfindlichkeit gegenüber der Anordnung Abb. 1 um 30 bis 40 db geringer ist. Eine derartige Anordnung bzw. ein wirksamer Frequenzregler ist insbesondere dann erforderlich, wenn die Empfindlichkeit des Spektrometers durch rauschschwache Vorverstärker (Molekularverstärker bzw. parametrische Verstärker) gesteigert werden soll.

2. Aufspaltung der Frequenzstörung nach Real- und Imaginärteil

Nimmt man an, daß der Resonator ω_r von Abb. 1 nicht exakt auf die mittlere Klystronfrequenz $\bar{\omega}_k$ abgestimmt ist, so tritt ein Abstimmfehler $\frac{\Delta\omega_0}{\omega} = \frac{\bar{\omega}_k}{\omega} - \frac{\omega_r}{\omega}$ auf; weiter bedeute $d\omega$ die Schwankung der Klystronfrequenz ω_k um ihren Mittelwert:

$$\frac{d\omega}{\omega} = \frac{\omega_k}{\omega} - \frac{\bar{\omega}_k}{\omega}$$

Für die gesamte, momentane Abweichung $\Delta\omega$ der Klystronfrequenz ω_k von der Resonanzfrequenz ω_r des Resonators gilt also:

$$\frac{\Delta\omega}{\omega} = \frac{\Delta\omega_0}{\omega} + \frac{d\omega}{\omega}$$

Damit erhält man für die Änderung der vom Resonator reflektierten Welle bei einer Frequenzschwankung ω/ω des Klystrons aus (1):

$$\left\{ \begin{aligned} & \sqrt{N_H} \left(\frac{\Delta\omega}{\omega} \right) - \sqrt{N_H} \frac{\Delta\omega_0}{\omega} \\ & + \sqrt{N_H} \left\{ 2 Q^2 \frac{\Delta\omega_0}{\omega} \frac{d\omega}{\omega} + Q^2 \left(\frac{d\omega}{\omega} \right)^2 - Q \frac{d\omega}{\omega} \sin \Delta\varphi \right\} \\ & + j \sqrt{N_H} \left\{ Q \frac{d\omega}{\omega} \right\} \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

Das Glied mit $\sin \Delta\varphi$ folgt nicht aus Gl. (1), es tritt bei linearer Gleichrichtung ($\sqrt{N_H} \sim I_d$) im Richtstrom auf, wenn die Trennung in Real- und Imaginärteil mit einem Fehler $\Delta\varphi$ behaftet ist, rührt also vom Imaginärteil her. Für Phasenfehler von $\Delta\varphi < 0,1^\circ$ und mittlere (s. unten) Abstimmfehler bestimmt es die Größe des Realteiles. Die Abb. 5 und 7 stellen für $\Delta\omega=0$ den Real- und Imaginärteil auch von Gl. (2) dar. Abb. 6 gibt den Realteil auch von Gl. (2) an, wenn $\Delta\omega=Q$ gesetzt wird.

Auch in den bis jetzt veröffentlichten Spektrometern mit Realteilstromspannung ist der Einfluß E_i der Imaginärteilschwankung größer als der der Realteilschwankung E_r , man erhält für kleine $\Delta\varphi$ und

$\Delta\omega_0/\omega=0$ aus Abb. 3:

$$\frac{E_i}{E_r} = \frac{\sqrt{N_H} Q \frac{d\omega}{\omega} \sin \Delta\varphi}{\sqrt{N_H} \left(Q \frac{d\omega}{\omega} \right)^2} \approx \sqrt{\frac{N_H}{N_0}} \gg 1. \quad (3)^1$$

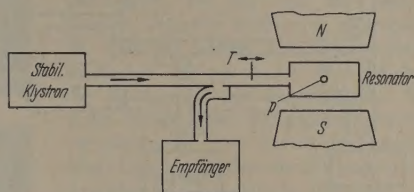


Abb. 1. Schema einer einfachen Anordnung zum Nachweis von Elektronenresonanzen. Bei Abwesenheit von Elektronenresonanzen ist der Resonator nahezu angepaßt, im Elektronenresonanzfall erscheint eine reflektierte Welle, die über den Richtkoppler in den Empfänger gelangt. Ein Abstimmelement T erzeugt eine schwache reflektierte Welle N_0 , die mit dem Signal phasengleich ist

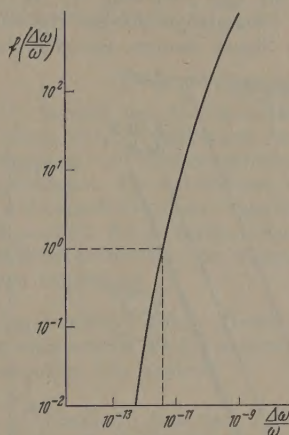


Abb. 2.

$$\sqrt{\left\{ \sqrt{100 kT_0 \Delta f} + \sqrt{N_H} \left(Q \frac{\Delta\omega}{\omega} \right)^2 + N_H \left(Q \frac{\Delta\omega}{\omega} \right)^2 - \sqrt{100 kT_0 \Delta f} \right\}} \\ = f \left(\frac{\Delta\omega}{\omega} \right) \quad \text{für } \Delta f = 50 \text{ Hz; } N_H = 10 \text{ mW; } Q = 5 \cdot 10^3, \\ kT_0 = 4 \cdot 10^{-21} \text{ W/Hz}$$

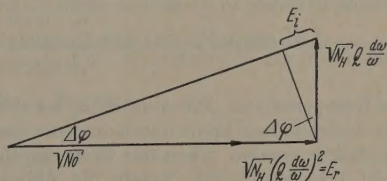


Abb. 3. Vektordiagramm zur Frequenzstörung bei Systemen mit Realteilstromspannung $\sqrt{N_0}$

3. Die Kompensationsanordnung

Abb. 4 zeigt die Kompensationsanordnung im Schema. Sie enthält zwei elektrisch möglichst gleiche Resonatoren R_1 und R_2 , die durch Richtkoppler zur Vermeidung von Koppelschwingungen entkoppelt sind. Denkbar ist hier auch die Anwendung von Einwegleitern. Weicht die Klystronfrequenz von der Resonanz der beiden Resonatoren ab, so entstehen reflektierte Wellen, die sich in R_4 zusammensetzen. Die Amplituden und Phasen können hierbei so gewählt

¹ Meiner Frau danke ich sehr herzlich für die Auswertung der Gln. (3) und (4).

werden, daß sich diese Störwellen durch Interferenz auslöschten, die Anordnung bei hinreichender Symmetrie also beliebig frequenzunempfindlich wird.

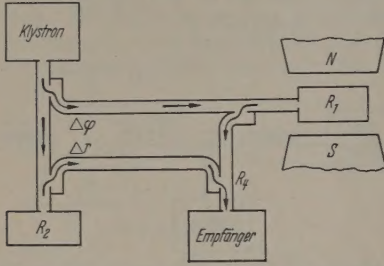


Abb. 4. Anordnung zur Kompensation des Imaginärteils von Frequenzgliedern bei Elektronenresonanzspektrometern

Zum Unterschied von einer Wheatstoneschen Brücke bewirkt eine Änderung $\Delta r, \Delta \varphi$ des Amplituden- bzw. Phasenabgleichs bei $\Delta \omega = 0$ und Anpassung kein Signal, sondern nur eine Verschlechterung.

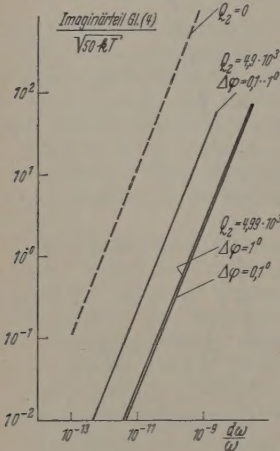


Abb. 5

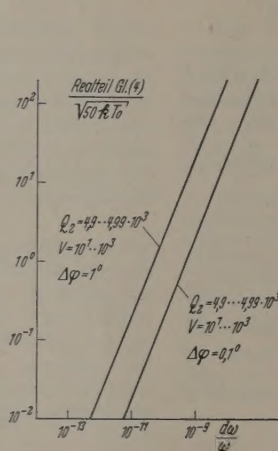


Abb. 6

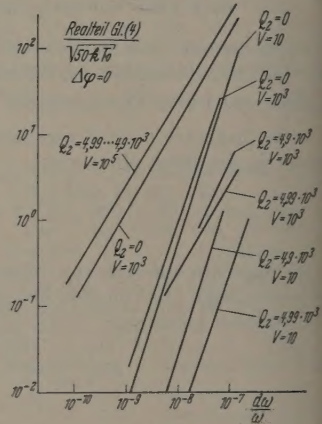


Abb. 7

Abb. 5. Änderung des Imaginärteils der vom Resonator reflektierten Spannungswelle für $N_H = 10$ mW, $Q_1 = 5,00 \cdot 10^3$, $k T_0 = 4 \cdot 10^{-11}$ W/Hz. $Q_2 = 0$ entspricht der Anordnung ohne Kompensation bzw. Gl. (2)

Abb. 6. Änderung des Realteils der vom Resonator reflektierten Spannungswelle bei einer Frequenzschwankung $d\omega/\omega$ des Speiseklystrons. $Q_1 = 5,00 \cdot 10^3$, $N_H = 10$ mW, $k T_0 = 4 \cdot 10^{-11}$ W/Hz, $\Delta f = 50$ Hz

Abb. 7. Änderung des Realteils der vom Resonator reflektierten Spannungswelle bei einer Frequenzschwankung $d\omega/\omega$ des Speiseklystrons. $Q_1 = 5,00 \cdot 10^3$, $N_H = 10$ mW, $k T_0 = 4 \cdot 10^{-11}$ W/Hz, $\Delta f = 50$ Hz, $\Delta \varphi = 0$. $Q_2 = 0$ entspricht der unkompensierten Anordnung bzw. Gl. (2) für $\Delta \varphi = 0$

rung der Kompensation. Die Anordnung ist also nicht vernetzt, insbesondere kann der Kompensationskreis R_2 abgeschaltet werden, wenn die Grenzemfindlichkeit nicht erforderlich ist, womit die übliche Reflexionsanordnung entsteht. Für die Änderung der reflektierten Welle bei einer Änderung $d\omega/\omega$ der Klystronfrequenz erhält man hier unter Vernachlässigung der Koppelfaktoren der Richtkoppler und unter der Annahme eines vollständigen Amplitudenabgleichs (s. unten)

$$\left| \sqrt{N_r} \left(\frac{\Delta \omega}{\omega} \right) - \sqrt{N_r} \left(\frac{\Delta \omega_0}{\omega} \right) \right| = \sqrt{N_H} \left[\left\{ 2Q_1^2 \frac{\Delta \omega_{10}}{\omega} - 2Q_2^2 \frac{\Delta \omega_{20}}{\omega} \cos \Delta \varphi \right\} \frac{d\omega}{\omega} + \left\{ Q_1^2 + Q_2^2 \cos \Delta \varphi \right\} \left(\frac{d\omega}{\omega} \right)^2 - Q_2 \frac{d\omega}{\omega} \sin \Delta \varphi \right] + j \sqrt{N_H} \left[(Q_1 - Q_2 \cos \Delta \varphi) \frac{d\omega}{\omega} \right]. \quad (4)$$

a) Imaginärteilkompensation

Die Kompensation des Imaginärteils in Gl. (4) entsprechend einer Verkleinerung des Faktors von $d\omega/\omega$ hängt nicht von Abstimmfehlern und kaum von Phasenfehlern ab, sie ist daher leicht zu erreichen. Abb. 5 zeigt als Ergebnis, daß ein Fehler $\Delta \varphi = 1^\circ$ des Phasenabgleichs erst bei einem Güteabgleich besser als $20/100$ eingeht. In diesem Fall entspricht der Stabilitätsgewinn für die Spannungswelle einem Faktor von 250. Eine genauere Rechnung zeigt, daß an Stelle der Gütefaktoren in Im. [Gl. (4)] das Produkt $\sqrt{N_H}$ steht, der Feinabgleich der Gütefaktoren daher durch einen Amplitudenabgleich ersetzt werden kann. Der Abgleich des Imaginärteils beseitigt in Spektrometern mit Realteilstromspannung und Quarzstabilisierung der Hauptklystrons die wesentliche Komponente der Frequenzstörung [vgl. Gl. (3)], bei Anordnungen mit Trennung von Real- und Imaginärteil verhindert er die Übersteuerung der Trennschaltung durch Frequenzschwankungen. Durch geeigneten Zusammenbau der

Resonatoren besteht weiter die Möglichkeit, die Auswirkungen der Resonatormikrofonie auf den Imaginärteil von Gl. (4) zu verkleinern.

b) Realteil

Im Realteil überwiegt, wie in Gl. (2), für mittlere Abstimmfehler (s. unten) das Glied mit $\sin \Delta \varphi$, so daß hier gegenüber Gl. (2) praktisch keine Verbesserung erzielt wird. Entsprechend gilt Abb. 6 sowohl für den Realteil von Gl. (4) als auch, mit $Q_2 = Q$, für den Realteil von Gl. (2).

V ist ein Maß für den Abstimmfehler:

$$V = \frac{\sqrt{N_H} Q \frac{\Delta \omega_0}{\omega}}{\sqrt{k T_0 \Delta f}}.$$

Für exakten Phasenabgleich ($\Delta \varphi = 0$) sind die Verhältnisse in Abb. 7 dargestellt, wobei $Q_2 = 0$ der Anord-

ng ohne Kompensation entspricht. Es wurde $\frac{\Delta\omega_{20}}{\omega} = -$ angenommen entsprechend dem für d Kompensation ungünstigsten Fall. Die Kompensa-

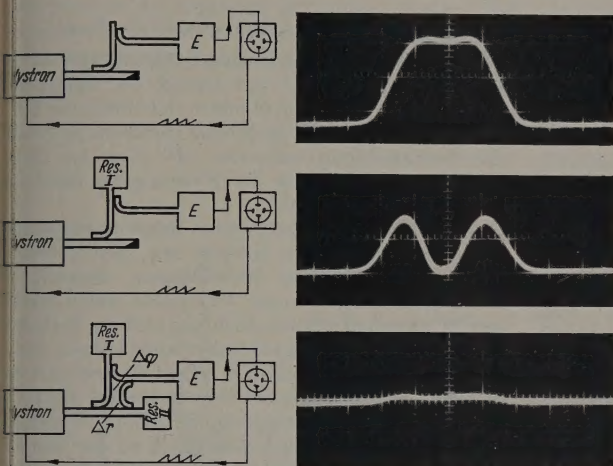


Abb. 8. Frequenzempfindlichkeit verschiedener Mikrowellenschaltungen (s. Text!)

tswirkung, insbesondere der Einfluß des Güteab-
hangs hängen stark von den Abstimmungsfehlern ab,
noch geben erst Fehler entsprechend $V > 10^4$ eine
Verschlechterung gegenüber der Anordnung Abb. 1.
Im Realteil erhält man also für Phasenfehler
 $\varphi > 0,1^\circ$ gleiche Störungen wie im Realteil der ein-
fachen Anordnung Abb. 1. Eine Kompensation ist
jedoch auch kaum erforderlich, da sich die nach
Abb. 6 für $\Delta\varphi \leq 0,1^\circ$, $N_H = 10$ mW und $\Delta f = 50$ Hz
erforderlichen Kurzzeitkonstanten von $d\omega/\omega = 10^{-9}$ –
 10^{-10} mit handelsüblichen Geräten (s. oben) erreichen
lassen.

4. Kompensation großer Frequenzschwankungen

In Abb. 8 wurde die Frequenzempfindlichkeit ver-
schiedener Systeme durch Frequenzmodulation des

Speiseklystrons untersucht. Abb. 8 zeigt das Verhal-
ten einer Schaltung aus Richtkopplern ohne Resona-
toren, das Oszillogramm stellt die Durchlaßkurve des
 Z_1 -Teiles des verwendeten Superhetempfängers (Band-
breite 10 MHz) dar. In Abb. 8b ist die Reso-
nanzkurve eines Reflexionsresonators
überlagert, der für eine im Durchlaß-
bereich liegende Frequenz angepaßt ist.
In Abb. 8c wurde ein Kompensations-
resonator mitverwendet und gleichzeitig
die Spannung der eingespeisten Mikro-
welle über einen Präzisionsabschwächer
verzehnfacht. Der Stabilitätsgewinn be-
trägt hier, gegenüber der unkompensierten
Anordnung 8b ca 30 db. Während für die
Größe $Q \frac{\Delta\omega}{\omega}$ in den Rechnungen des vori-
gen Abschnittes Werte zwischen 10^{-5} und
 10^{-8} angenommen wurden, ist hier eine
Kompensation für $Q \frac{\Delta\omega}{\omega} > 1$ erreicht.

Zusammenfassung

Es wird eine Anordnung zur Kompensation von Schwankungen der Generator-
frequenz von Elektronenresonanzspektro-
metern vorgeschlagen. Die erreichbaren Verbesserungen werden rechnerisch diskutiert. Experimentell wird gezeigt, daß auch für Frequenzschwankungen größer als die Resonanzkurvenbreite der Resonatoren eine Kompensation möglich ist.

Meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. Dr. Dr. B. RAJEWSKY möchte ich für wertvolle Diskussionen und Ratschläge sehr danken.

Literatur: [1] FEHER, G.: Bell. Syst. Techn. J. **36**, 449 (1957). — [2] REDHARDT, A.: Elektronische Rundschau. (Erscheint demnächst.) — [3] PIETTE, G.: Stanford Symposium on free radicals. New York: Academic press (im Druck).

Dr. A. REDHARDT
Max Planck-Institut für Biophysik,
Frankfurt a. M.-Süd, Forsthausstr. 70

Intensitätsbeeinflussung im Röntgenfluoreszenz-Analysen-Diagramm durch Bragg'sche Reflexionen

Von EKKEHARD FUCHS und PAUL MECKE

Mit 7 Textabbildungen

(Eingegangen am 8. November 1960)

1. Einleitung

Bei der Aufnahme von Röntgenfluoreszenzspektren ist es besonders für quantitative Analysen nötig, den Untergrund zu bestimmen, der durch die aus der Röhre kommende, anregende Strahlung bedingt ist. An der Probe wird diese Strahlung mehr oder weniger stark gestreut und gelangt so zusammen mit der in der Analysenprobe angeregten Fluoreszenzstrahlung auf den Analysatorkristall und in das Zählrohr. Durch den Kristallisationszustand der zu untersuchenden Probe kann diese von der Röhre stammende Strahlung unter Umständen stark beeinflußt werden. Es kann sogar der Fall eintreten, daß, bedingt durch den Kristallisationszustand und die Orientierung zum

Strahl, Linien auftreten, die als charakteristische Strahlung weder aus den Röhren noch aus den Proben, sondern aus dem Bremsspektrum der Röhre stammen. Um diese Einflüsse zu erfassen, wurde die folgende Untersuchung an Proben mit verschiedenen Kristallisationszuständen durchgeführt.

2. Beeinflussung der Intensität der anregenden Strahlung durch die Probe

2.1. Streuung an einer amorphen Probe

Bei der Fluoreszenzanalyse wird mit einer Strahlung, die sich zusammensetzt aus dem kontinuierlichen Bremsspektrum und der aus diskreten Linien

bestehenden charakteristischen Strahlung des Antikathodenmaterials, in der zu untersuchenden Substanz charakteristische Eigenstrahlung (Fluoreszenzstrahlung) angeregt. Unter einem Winkel von 90° gegen

Für amorphe Proben nimmt das Streuvermögen mit größerem Streuwinkel kontinuierlich ab.

Für einen festen Winkel werden kürzere Wellen weniger gestreut als längere Wellen.

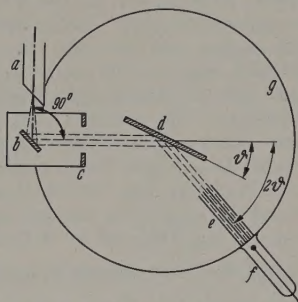


Abb. 1. Strahlengang bei Fluoreszenzanalyse. a Röntgenröhre, b Probe, c Austrittsblende, d Analysatorkristall, e Schlitzrasterspalt, f Zählrohr, g Meßkreis, θ Glanzwinkel (Braggscher Winkel), 2θ Beugungswinkel

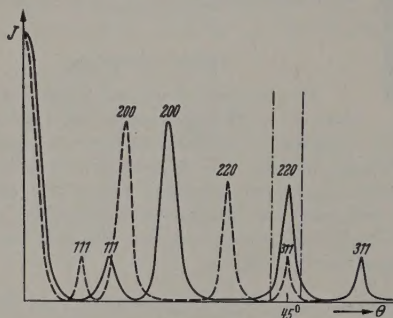


Abb. 2. Beugungsintensitäten eines Körpers mit NaCl-Struktur (schematisch). ----- λ_2 ; — λ_1 , $\lambda_1 > \lambda_2$

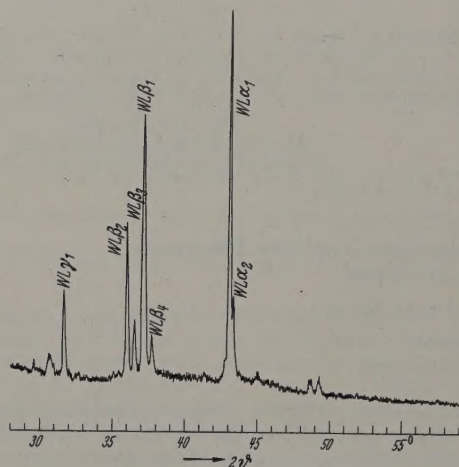


Abb. 3. Intensitätsverteilung der verwendeten W-Hochleistungsröhre

die Einstrahlrichtung (Abb. 1) wird die von der Probe ausgehende Fluoreszenzstrahlung analysiert. Außerdem wird ein gewisser Anteil der anregenden Strahlung von der Probe gestreut und ebenfalls im Diagramm registriert. Die Intensität der von der Probe gestreuten Strahlung ist abhängig

1. vom streuenden Körper
2. von der eingestrahlten Wellenlänge
3. vom Streuwinkel 2θ .

2.2. Streuung an einer kristallinen Probe

Bringt man einen kristallinen Streukörper in den Strahlengang, so wird auf Grund der Braggschen Bedingung $n \cdot \lambda = 2d \sin \theta$ nur in den durch die Netzebenen bestimmten Winkeln eine merkliche Intensität der Streustrahlung auftreten, die aber, bei diesen Winkeln, ein Vielfaches der Streuung am amorphen Körper ausmachen kann.

Abb. 2 zeigt ein Schema eines Beugungsdiagramms für einen kristallinen Körper mit NaCl-Struktur für zwei verschiedene Wellenlängen. Speziell für einen Glanzwinkel von 45° (entspricht einem Winkel von 90° zwischen Einstrahlrichtung und der Richtung, unter der die Strahlung analysiert wird) können wieder bestimmte Wellenlängen stark reflektiert werden, wenn in dieser Richtung gerade eine Netzebene liegt, für deren Abstand die Braggsche Beziehung erfüllt ist. Im gezeichneten Beispiel von Abb. 2 ist dies der Fall für λ_1 und λ_2 , die bei 45° als reflektierende Netzebenen die (220)- bzw. (311)-Ebenen vorfinden. Falls λ_1 und (oder) λ_2 als charakteristische Strahlung im Spektrum der anregenden Strahlung enthalten sind, werden diese Wellenlängen vom Zählrohr besonders stark registriert werden.

Da sowohl der Winkel, unter dem der Röntgenstrahl auf den Analysatorkristall fällt, einen gewissen Bereich umschließt, als auch die reflektierten Linien eine endliche Breite haben, können verschiedene Wellenlängen auch dann gleichzeitig reflektiert werden, wenn sie nicht genau unter 45° streuende Netzebenen in der Probe vorfinden.

3. Experimentelle Beispiele

Die folgenden Untersuchungen wurden mit der W-Hochleistungsröhre und der Cr-Feinstrukturrohre an einem Siemens-Röntgengerät Typ „Kristalloflex IV“ in Verbindung mit Siemens-Zählrohrgoniometer und Zusatz für Fluoreszenzanalysen durchgeführt.

3.1. Strahlung der Röntgenröhre

Von der W-Röhre wurde zunächst ein Teil des Spektrums der aus der Röhre kommenden Strahlung direkt aufgenommen, d.h. ohne an einem Streukörper gestreut zu werden. Abb. 3 zeigt ein derartiges Diagramm in einem Bereich von etwa 1 bis 2 Å Wellenlänge (Netzebenenabstand von LiF: $d = 2,01 \text{ Å}$)¹.

Für die nachfolgenden Untersuchungen wurden nur die stärksten Linien ohne die kontinuierliche Strahlung berücksichtigt, und zwar die W-Linien $L\alpha_1$, $L\beta_1$, $L\beta_2$, $L\beta_3$, $L\beta_4$ und $L\gamma_1$. Wesentlich für die weiteren Betrachtungen sind nur die relativen Intensitäten dieser W-Linien untereinander. Daneben findet man noch schwächere W-Linien, außerdem Cu- und Ni-Linien, die von Bauteilen der Röhre herrühren. Das Spektrum wurde wegen der starken Intensität der

¹ Die im Fluoreszenzspektrum angegebenen Winkel θ sind die Glanzwinkel am Analysatorkristall (LiF) und entsprechen den Wellenlängen. Sie dürfen nicht verwechselt werden mit den Glanzwinkeln Θ an der Probe.

rekten Strahlung nur bei 20 kV aufgenommen, während alle folgenden Fluoreszenzspektren bei 40 kV aufgenommen wurden. Das Spektrum der Röhre kann daher nur unter gewisser Einschränkung als Bezugsspektrum für die folgenden Aufnahmen dienen. Die betrachteten W-Linien haben nämlich verschiedene Anregungsspannungen. $L\beta_3$ und $L\beta_4$ haben ihren

etwas schwächer gestreut worden sind als die langwelligeren W-Linien. Hierfür sind zwei Gründe maßgebend: Erstens werden nach den Überlegungen unter 2.1 verschiedene Wellenlängen entsprechend ihrer verschiedenen Streuamplitude unterschiedlich stark gestreut, und zweitens sind nach 3.1 die unterschiedlichen Anregungsspannungen zu berücksichtigen.

Die relativ stark auftretenden Linien $Cu K\alpha_{1,2}$ und $Cu K\beta_1$ sind bedingt durch Cu-Spuren im Präparathalter und in Röhrenteilen und sind deshalb in diesem Zusammenhang bedeutungslos. Ebenso spielen unterschiedliche Absorption in Luft und im Zählrohr sowie unterschiedliches Reflexionsvermögen am Ana-

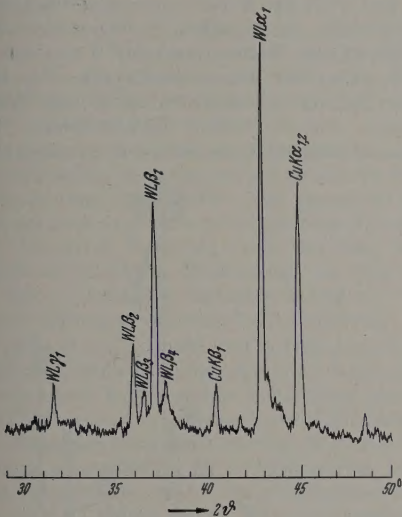


Abb. 4. W-Linien im Fluoreszenzspektrum von Glas

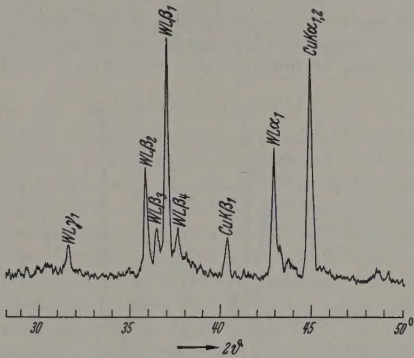


Abb. 5. W-Linien im Fluoreszenzspektrum von Kochsalz

rsprung im $L I$ -Niveau, $L\beta_1$ und $L\gamma_1$ im $L II$ -Niveau und $L\alpha_1$ und $L\beta_2$ im $L III$ -Niveau der Elektronenhalten des W-Atoms. Da die Intensität der Linien von der Differenz zwischen der angelegten Spannung und der Anregungsspannung dieser Niveaus abhängt, treten unterschiedliche Intensitätsverhältnisse bei verschiedenen Betriebsdaten der Röhre auf.

3.2. Probenmaterial

Zur Prüfung der Streuung an einem amorphen Körper wurde Glas als Probe verwendet. Als kristalliner Probekörper wurde zunächst Kochsalz ($NaCl$) gegen seiner einfachen Kristallstruktur ausgewählt. $NaCl$ kristallisiert im kubischen System ($B1$ -Struktur) mit der Gitterkonstanten $a_0 = 5,64 \text{ \AA}$. Als weitere Probe diente Siliziumkarbid ($\alpha\text{-SiC}$), da es für die Wellenlängen der betrachteten W-Linien und den Glanzwinkel von 45° günstig gelegene und stark reflektierende Netzebenen besitzt. Als Substanz, die in diesen Bereich sehr viele benachbarte reflektierende Netzebenen hat, wurde schließlich Aluminiumoxyd ($\alpha\text{-Al}_2O_3$) verwendet.

3. Fluoreszenzspektrum eines amorphen Körpers: Glas

In Abb. 4 ist ein Ausschnitt des Fluoreszenzspektrums von Glas wiedergegeben. Die bei $2\theta = 43^\circ$; 44° bis 38° und bei 32° auftretenden gestreuten W-Linien, die aus dem Spektrum der anregenden Strahlung stammen, haben etwa die gleichen relativen Intensitäten wie vor der Streuung. Dies zeigt ein Vergleich mit dem Spektrum der aus der Röhre kommenden Strahlung (Abb. 3). Bei genauem Nachmessen stellt man jedoch fest, daß die kurzwelligeren W-Linien

lysatorkristall für verschiedene Wellenlängen keine Rolle, da nur relative Messungen durchgeführt wurden, und die oben genannten Effekte bei allen Aufnahmen in gleicher Weise eingehen.

3.4. Fluoreszenzspektrum kristalliner Körper

Kochsalz ($NaCl$). Abb. 5 zeigt einen Ausschnitt des Diagramms von Kochsalz. Ein Vergleich mit dem Diagramm des Glases (amorpher Körper) ergibt, daß die relative Streuung des W-Linien-Dubletts $L\alpha_{1,2}$

Tabelle 1. Berechnete Netzebenenabstände für die W-Linien bei einem Glanzwinkel von 45°

Bezeichnung der Linie	Wellenlänge		Zugeordneter Netzebenenabstand d in der Probe
	\AA	entspricht einem Winkel 2θ am Goniometer	
		Grad	\AA
$WL\gamma_1$	1,098	31,64	0,777
$WL\beta_2$	1,245	36,01	0,881
$WL\beta_3$	1,263	36,55	0,893
$WL\beta_1$	1,282	37,12	0,906
$WL\beta_4$	1,302	37,72	0,921
$WL\alpha_{1,2}$	1,476; 1,487	42,99; 43,33	1,044; 1,052

weit schwächer ist als die der übrigen W-Linien. Der Befund ist mit der Bragg'schen Beziehung leicht zu erklären.

In Tabelle 1 sind für die hier interessierenden Wellenlängen der aus der Röhre kommenden Wolframlinien nach der Bragg'schen Beziehung $n \cdot \lambda = 2d \sin \Theta$ für $\Theta = 45^\circ$ (apparativ festgelegter Winkel, s. Abb. 1) die entsprechenden Netzebenenabstände zusammengestellt. Starke Streuung der Linien findet am Probe-

körper dann statt, wenn der nach Tabelle 1 zugeordnete reflektierende Netzebenenabstand in der Probe vorhanden ist. Dabei braucht der Netzebenenabstand d

Tabelle 2. Netzebenenabstände für NaCl

Netzebenenabstand d Å	Relative Intensität	Netzebenenabstand d Å	Relative Intensität
1,152	7	0,860	1
1,086	1	0,850	3
0,997	2	0,814	2
0,953	1	0,789	1
0,940	3	0,782	3
0,892	4	0,754	2

für eine bestimmte eingestrahle Wellenlänge λ nicht exakt die Braggsche Bedingung zu erfüllen. Wegen der endlichen Linienbreite der anregenden Strahlung

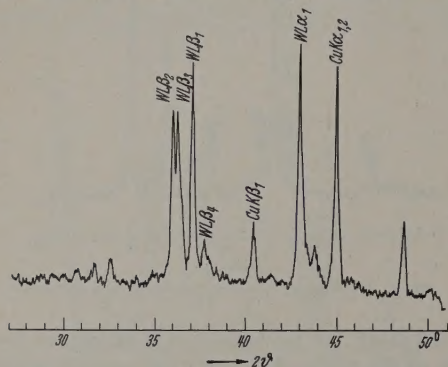


Abb. 6. W-Linien im Fluoreszenzspektrum von Siliziumkarbid

und des apparativ bedingten Winkelbereichs kann nach grober Abschätzung eine Abweichung der Größenordnung von 1% noch zu einer merklichen Beeinflussung der Intensität beitragen. Wie die Tabelle 2 zeigt¹, lassen sich für die Wellenlänge der Linien $WL\beta_3$ und annähernd auch für $L\beta_1$ und $L\beta_2$ im Gitter des Kochsalzes reflektierende Netzebenen finden, während die Wellenlänge der $L\alpha_{1,2}$ -Linien keine reflektierende Netzebene vorfindet.

Tabelle 3. Netzebenenabstände für SiC

(Die Intensitäten sind nach einer Debye-Scherrer-Aufnahme geschätzt)

Netzebenenabstand d Å	Relative Intensität	Netzebenenabstand d Å	Relative Intensität
1,084	20	0,939	20
1,041	20	0,911	15
0,997	40	0,886	90
0,982	20	0,861	60
0,970	50	0,836	100
0,951	5		

Siliziumcarbid (SiC). In Tabelle 3 sind die Netzebenenabstände von SiC mit den ihnen zugeordneten relativen Streuintensitäten dargestellt. Vergleicht man damit die Werte der Tabelle 1, so erwartet man für die

¹ Die Tabellen zeigen nur einen Ausschnitt der in dem hier interessierenden Wellenlängenbereich liegenden Beugungsreflexe. Die Intensitäten sind bezogen auf die stärkste Linie ($J_{rel}=100$), die für Kochsalz einem Abstand $d=2,82$ Å entspricht.

aus der Röhre kommenden Linien $WL\beta_2$ und $WL\beta_3$ (der zugeordnete Netzebenenabstand $d=0,881$ bzw. $0,893$ Å ist bei SiC mit sehr stark streuenden Netzebenen vorhanden) im Fluoreszenzdiagramm besonders starke Intensitäten. Das ist tatsächlich der Fall, wie das Fluoreszenzdiagramm von SiC (Abb. 6) zeigt. $WL\alpha_1$ findet als reflektierende Netzebene im SiC diejenige mit $d=1,041$ Å vor; sie streute jedoch nur gering ($J=20$), die Intensität der Linie ist entsprechend schwächer. Ebenso erscheint $WL\beta_1$ mit mittlerer Intensität im Fluoreszenzdiagramm, da der d -Wert des SiC nur annähernd mit dem nach Tabelle 1 geforderten von $d=0,991$ Å übereinstimmt. Unter Umständen wird sie noch zu einem gewissen Anteil

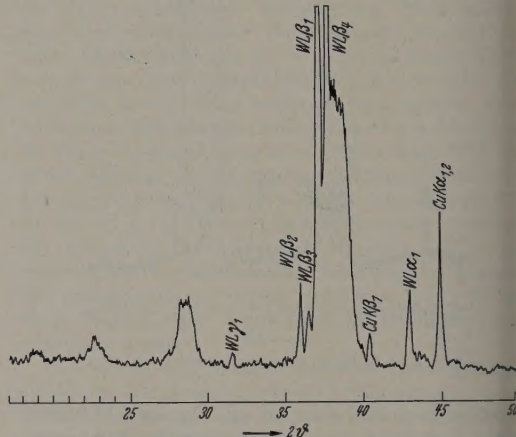


Abb. 7. W-Linien im Fluoreszenzspektrum von Kochsalz-Einkristall

von der sehr stark reflektierenden Netzebene mit $d=0,886$ Å mitreflektiert.

Aluminiumoxyd (Al_2O_3). Eine Aufnahme zeigte annähernd gleiche Wiedergabe der Linien in ihren relativen Intensitätswerten. Al_2O_3 besitzt gerade für den betrachteten Wellenlängenbereich und einen Winkel von 45° eine ganze Reihe reflektierender Netzebenen mit geringen Unterschieden in ihren Abständen, so daß praktisch alle eingestrahlteten Wellen gleichmäßig gestreut werden können.

Die Reihe der Beispiele ließe sich weiter fortsetzen. Zur Erklärung des Grundsätzlichen sollen die hier gebrachten genügen. Natürlich tritt der Effekt auch bei Verwendung einer anderen anregenden Strahlung auf. So wurden in einer zweiten Versuchsreihe Intensitätsanomalien an der $Cr K\alpha$ - und $K\beta_1$ -Linie einer Cr-Röhre gefunden. Als Streukörper dienten Silizium und Gold.

Im ersten Fall liegt für die $K\alpha$ -Linie im Silizium eine stark reflektierende Netzebene vor, während für die $K\beta_1$ -Linie keine Netzebene vorhanden ist, im Fall des Goldes ist es gerade umgekehrt. Dementsprechend werden die $K\alpha$ -Linie beim Silizium und die $K\beta_1$ -Linie beim Gold besonders stark gestreut.

3.5. Bevorzugte Reflexionen bestimmter Wellenlängen des Bremsspektrums bei einkristallinen Proben

Es ist nun zu erwarten, daß nicht nur einzeln diskrete Linien stärker oder schwächer gestreut

werden, je nachdem, ob eine reflektierende Netzebene vorhanden ist oder nicht, sondern daß auch aus dem Bremsspektrum einzelne, durch geeignete Netzebenen bestimmte Wellenlängenbereiche stärker gestreut werden können. Im registrierten Spektrum treten dann Linien bzw. breite Banden auf, die weder einer im Spektrum der Röhre noch im Fluoreszenzspektrum der Probe enthaltenen charakteristischen Linie zugeordnet werden können. Bei einer polykristallinen Probe konnten solche Linien jedoch nicht beobachtet werden; die eingestrahlte Intensität des Bremsspektrums ist offenbar so schwach, um von der Probe merklich reflektiert zu werden.

Anders liegen die Verhältnisse bei der Untersuchung von Einkristallen. Hier können auf Grund der starken Einkristallreflexe (Laue-Reflexe) bei geeigneter Orientierung der Probe im Fluoreszenzspektrum Linien auftreten, die durch Reflexion einer aus dem Bremsspektrum ausgewählten Wellenlänge an einer Netzebene des Einkristalles zustande kommen. Abb. 7 zeigt eine Aufnahme an einem NaCl-Einkristall.

$WL\beta_1$ und $L\beta_4$ und ein Teil des Bremsspektrums erscheinen im Einkristalldiagramm sehr stark und sehr breit, was einem Reflex an der (600)-Ebene des NaCl-Einkristalls zugeordnet werden kann (vgl. dazu auch Abb. 5, Diagramm von NaCl-Pulver). Weiterhin beobachtet man zwischen $2\theta = 28^\circ$ und 29° und bei etwa 23° schwache Intensitäten, die bei der entsprechenden Aufnahme an NaCl-Pulver fehlen. Diese entsprechen den Reflexionen an der (800)- bzw. (10, 0, 0)-Ebene des Einkristalls. Im Gegensatz zu den Aufnahmen am Kristallpulver können bei einem Einkristall diese schwachen Reflexe unterdrückt werden, wenn man die

Probe etwas aus der 45° -Stellung neigt. Bei einem Pulver dagegen ist immer eine genügende Anzahl kleiner Kriställchen vorhanden, die die Braggssche Bedingung für einen Glanzwinkel von 45° erfüllen.

4. Folgerungen

Die Beispiele zeigen, daß bei Röntgenfluoreszenzanalysen der Kristallisationszustand der Probe berücksichtigt werden muß, um Fehlschlüsse sowohl bei quantitativer als auch bei qualitativer Auswertung der Diagramme zu vermeiden. Andererseits geben die auf Grund der Braggsschen Reflexionen hervorgerufenen Intensitätsänderungen bestimmter Wellenlängen die Möglichkeit, Netzebenenabstände zu ermitteln. Damit kann eine zusätzliche charakteristische Größe für die Probe bei deren Analyse ermittelt werden.

Zusammenfassung

Die im Röntgenfluoreszenzdiagramm neben den eigentlichen Analysenlinien auftretenden charakteristischen Linien des Anodenmaterials zeigen je nach dem Festkörperzustand der als Streuzentrum wirkenden Analysenprobe unterschiedliche Intensitätsverhältnisse. Darüber hinaus kann auch das kontinuierliche Bremsspektrum je nach Wellenlänge verschieden stark gestreut werden und dadurch unter gewissen Voraussetzungen das Analysenergebnis beeinflussen. Die Untersuchungen wurden an amorphen Substanzen, Kristallpulvern und Einkristallen durchgeführt.

Dipl.-Phys. ERKEHARD FUCHS und Dr. PAUL MECKE,
Forschungslaboratorium der Siemens & Halske AG.,
München 8, Balanstraße 73

Zur Frage der ungleichmäßigen Filmschrumpfung*

VON HERMANN WEYERER

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 2. September 1960)

Im Gegensatz zur gleichmäßigen Filmschrumpfung v. ANGERER u. H. EBERT, Technische Kunstgriffe, Vieweg 1959, Braunschweig, S. 227) ist die ungleichmäßige Filmschrumpfung bisher kaum untersucht worden. Um eine ungleichmäßige Schrumpfung unter sonst unveränderten Versuchsbedingungen für Röntgenfeinstrukturmethode experimentell nachweisen zu können, wurde lichtoptisch ein System von 50 bis etwa 5 cm langen Strichmarken auf die zugekauften Filme vor ihrer Entwicklung kopiert. Die Strichabstände betrugen $l_0 = 1$ mm; sie waren auf dem Original (Photoplatte) längs zweier vorgegebener, um 7,5 mm auseinanderliegender paralleler Geraden (Äquatorlinie und Schichtlinie) mit einem Meßuhrmaßstab vermessen worden. Nachdem die Filme reproduzierbar entwickelt, fixiert, gewässert und langsam an der Luft getrocknet worden waren, wurden nunmehr die entsprechenden Abstände auf den Filmen gemessen. Die Abstandsmessung wurde

in allen Fällen durch drei Beobachter unabhängig voneinander vorgenommen. Der mittlere Fehler betrug hierbei $\pm 0,003$ mm.

Abb. 1 zeigt die relativen Differenzen $\Delta x/l_0$ zwischen den Strichabständen vor und nach der Filmentwicklung. Der doppelseitig begossene Schleusner-Donoeo-Film besaß einen Durchmesser von 80 mm und war mit einem Stanzloch von 7 mm Durchmesser versehen. Im Diagramm sind die Mittelwerte der drei Beobachter eingetragen. Sie liegen ohne erkennbare systematische Abweichungen um einen Wert herum angeordnet, der als Folge einer mittleren gleichmäßigen Filmschrumpfung (etwa 0,1%) von der Null-Linie etwas abweicht. Ihre mittlere Streuung beträgt $\bar{m} = \pm 0,003$ mm pro Strichabstand ($l_0 = 1$ mm). Diese Fehlerspanne nimmt rund $\frac{2}{3}$ aller (gemittelten) Meßpunkte auf.

Dieses Meßergebnis ändert sich nicht merklich, ob die Filme mit Stanzlöchern versehen waren oder nicht, ob die Filme aus verschiedenen großen Filmblättern in Längs- oder in Querrichtung geschnitten waren,

* Mitteilung aus der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt.

ob sie vor der Entwicklung mehrere Stunden lang in einer Zylinderkamera gelegen hatten bzw. außerhalb davon aufbewahrt worden waren, oder ob sie aus zeitlich auseinanderliegenden Lieferungen stammen; auch beim Übergang vom kreisförmigen Filmformat (Rück-

auf einen Millimeter Filmlänge, beträgt im Durchschnitt $\bar{m} = \pm 0,003$ bis $\pm 0,005$ mm und ist damit etwa ebenso groß wie die Ungenauigkeit der Abstandsmessungen selbst. Lediglich in 1 bis 2 mm Abstand vom Lochrand weisen die Meßpunkte bisweilen Ab-

Tabelle. *Ungleichmäßige Filmschrumpfung* (Abstände der aufkopierten Lichtmarken 1 mm; mittlerer Fehler jedes Beobachters $\pm 0,003$ mm)

Lfd. Nr.	Filmart (Lieferung)	Filmgröße [mm ² bzw. mm]	Film war gelocht	Mittlere Schwankung \bar{m} der gemittelten Strich- abstände in mm nach der Filmentwicklung	
				Äquator [mm/mm]	Schichtlinie [mm/mm]
1	Schleussner-Donco-Film (I)	170 × 30	ja	$\pm 0,005$	$\pm 0,004$
1a	(2 Emulsionen)	170 × 30	ja	$\pm 0,005$	$\pm 0,004^*$
2	desgl. (I)	170 × 30	nein	$\pm 0,003$	$\pm 0,004$
3	" (I)	170 × 30	ja	$\pm 0,005$	$\pm 0,004$
4	" (II)	170 × 30	ja	$\pm 0,004$	$\pm 0,003$
5	" (I)	170 × 30	ja	$\pm 0,003$	$\pm 0,003^{**}$
6	" (I)	ø etwa 80	ja	$\pm 0,003$	$\pm 0,004$
7	" (II)	150 × 180	nein	$\pm 0,005$	$\pm 0,004$
8	Gevaert-Scopix-B-Film (1)	170 × 30	ja	$\pm 0,006$	$\pm 0,005$
9	desgl. (2)	170 × 30	ja	$\pm 0,005$	$\pm 0,003$
10	" (1)	ø etwa 80	nein	$\pm 0,003$	$\pm 0,007$
11	" (2)	ø etwa 80	ja	$\pm 0,003$	$\pm 0,004$
12	" (1)	100 × 180	nein	$\pm 0,004$	$\pm 0,005$

* Messung nach 8 Wochen wiederholt.

** Nichtentwickelter Film (mit aufkopierten Abstandsmarken) lag 2 Tage in der Zylinderkamera.

strahltaufnahmen) auf die bei Debye-Scherrer-Aufnahmen gebräuchlichen Abmessungen (170 × 30 mm²) oder auf größere Formate (100 × 180 bzw. 150 × 180 mm²) zeigte sich keine nachweisbare Änderung der mittleren Streuung der Meßpunkte; ebenso ergab eine Wiederholung der Messungen nach 8 Wochen keine

weichungen auf, die den genannten Betrag um ein Mehrfaches übersteigen. Doch können gerade in dieser nächsten Umgebung des Stanzloches die Röntgenreflexe auch aus anderen Gründen nicht vermessen werden.

Die möglichen Ungleichmäßigkeiten in der Filmschrumpfung können demnach die Meßunsicherheit ($\pm 0,003$ mm) nicht wesentlich überschreiten; sie dürfen somit bei Abstandsmessungen von Interferenzen gegenüber den sonstigen Fehlereinflüssen bei sorgfältiger Versuchsführung im allgemeinen vernachlässigt werden. Dieser Befund stimmt mit der Erfahrung überein, daß auch bei Präzisionsmessungen im allgemeinen keine Unstetigkeiten oder Ungleichförmigkeiten an den Extrapolationskurven auftreten, die man zur Bestimmung der Gitterkonstanten durch die Meßpunkte im Rückstrahlgebiet bei jedem Film legt.

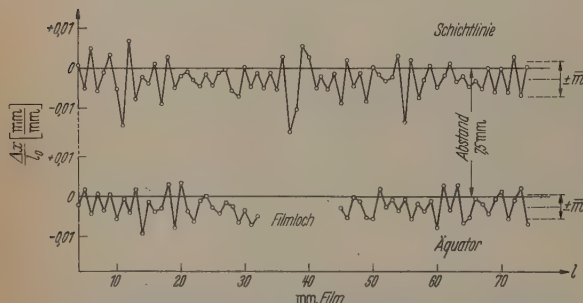


Abb. 1. Filmschrumpfung Δx in mm pro Strichabstand ($l_0 = 1$ mm). Doppelschichtfilm Schleussner-Donco, Filmdurchmesser 80 mm. Mittlere Schwankung $\pm 0,003$ mm

nennenswerten Abweichungen; lediglich die statistische Verteilung der einzelnen Meßpunkte fiel unterschiedlich aus.

Analoge Untersuchungen von Filmen mit nur einer Emulsion (Gevaert Scopix B) erbrachten vergleichbare Ergebnisse. Die Resultate der vorliegenden Messungen sind in der Tabelle zusammengestellt. Die mittlere Schwankung der Filmvermessung, bezogen

Zusammenfassung

Die mittlere Streuung der *ungleichmäßigen* Filmschrumpfung war im allgemeinen so gering, daß sich nicht sicher von der Gesamtunsicherheit der Abstandsmessungen ($\pm 0,004$ mm pro Millimeter Film länge für drei Beobachter) trennen ließ; die *mittleren gleichmäßigen* Filmschrumpfung dagegen betrug $0,13^\circ$.

Die umfangreichen Messungen und deren Auswertung führten in der Hauptsache Frl. H. STEIN und d. Herren H. VOIGT und W. STRUCKMANN aus.

Dr. HERMANN WEYERER, Braunschweig
Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Erwärmung elektrischer Kontakte im stationären Zustand

Von H. SCHREINER und F. WENDLER

Mit 5 Textabbildungen

(Eingegangen am 8. September 1960)

Es wird ein beliebig geformter isotroper Stab betrachtet, dessen Seitenflächen wärmeisoliert sind und dessen Endflächen, durch die Strom ein- und austritt, Äquipotentialflächen für Temperatur und Potential sind. Falls die beiden Endflächen dieses Stabes gleiche Temperatur t_0 und die Potentiale u_1 und u_2 haben, ist im stationären Zustand bekanntlich die Kohlrauschsche Gleichung [1], [2], [6]:

$$\int_{t_0}^t \frac{\lambda}{\kappa} dt = \int_{t_0}^t \lambda \varrho dt = \frac{1}{2} (u_1 - u) (u - u_2) \quad (1)$$

= Wärmeleitfähigkeit

= elektrische Leitfähigkeit

= elektrischer spezifischer Widerstand.

Nimmt man zwischen den Temperaturen t_0 und t den Mittelwert $\bar{\lambda}/\bar{\kappa}$ von λ/κ an, so gilt

$$t - t_0 = \frac{1}{2} \frac{(u_1 - u)(u - u_2)}{\bar{\lambda}/\bar{\kappa}}. \quad (2)$$

Die höchste Temperatur ergibt sich für das mittlere Potential

$$u = \frac{1}{2} (u_1 + u_2). \quad (3)$$

Die maximale Temperaturerhöhung ist:

$$t_{\max} - t_0 = \frac{1}{2} \left(\frac{u_1 - u_2}{2} \right)^2 \cdot \frac{1}{\bar{\lambda}/\bar{\kappa}} = \frac{1}{8} \frac{(u_1 - u_2)^2}{\bar{\lambda}/\bar{\kappa}} \quad (4)$$

oder

$$t_{\max} - t_0 = \frac{1}{8} \cdot \frac{J^2 R^2}{\bar{\lambda}/\bar{\kappa}}. \quad (5)$$

HOLM [3] fand, daß die Grenzbedingungen des Kohlrauschschen Stabproblems auch weitgehend im Falle der Kontakte erfüllt sind. HOLM geht dabei von denselben Voraussetzungen aus wie KOHLRAUSCH. $u = 0$ für t_{\max} , so wird, falls die Kontakte symmetrisch zur Mitte liegen, nach (3) $u_2 = -u_1 = \frac{1}{2} U$ und nach (1)

$$\int_{t_0}^{t_{\max}} \frac{\lambda}{\kappa} dt = \int_{t_0}^{t_{\max}} \varrho \lambda dt = \frac{1}{8} U^2. \quad (6)$$

Bei der Erwärmung braucht der Körper nicht überall fest zusammenhängen, er darf von einzelnen Kontaktflächen durchgezogen sein. Wesentlich ist nur, daß diese eine durchgehende unterbrochene metallische Berührung aufweisen. Denn ist ein Kontakt von keiner Fremdschicht getrennt, so leitet er so, als würden die einzelnen Kontaktglieder in der wirklichen Berührungsfläche einen homogenen Körper bilden. In (6) braucht t_0 nicht die Endflächen- oder Elektroden- in den Stromzuführungsstellen zu sein. Man kann darunter auch die Temperatur in gleicher Entfernung von den Enden gemessene Temperatur verstehen, nur ist dann für U der Potentialunterschied zwischen diesen beiden Stellen zu ver-

stehen, die bei symmetrischer Anordnung der Kontakte gleiche Temperatur halten.

Mit Hilfe dieser Gleichung läßt sich also in einem beliebigen Punkt eines Leiters die durch elektrische Heizung entstehende stationäre (höchste) Temperatur nur als Funktion der herrschenden elektrischen Spannung angeben.

Solange die Temperaturerhöhung klein bleibt, kann $\varrho \lambda$ als konstant angesehen werden bzw. es läßt sich dieses Produkt als Mittelwert im Temperaturbereich angeben. Die maximale Temperaturerhöhung t_{\max} ist dann nach (3)

$$t_{\max} = \frac{1}{8} \frac{U^2}{\varrho \lambda}. \quad (7)$$

Handelt es sich um einen Kontakt, dessen Einzelglieder aus demselben Material bestehen, also um einen symmetrischen Kontakt, so werden die gemachten Voraussetzungen erfüllt sein. Liegt allerdings eine Zusammensetzung aus verschiedenen Leitern vor, dann ist es im allgemeinen schwierig, die Temperaturverteilung in beiden Leitern zu berechnen. Die von KOHLRAUSCH angenommenen Beziehungen zwischen Äquipotential- und Isothermflächen sind dann nicht mehr erfüllt. Es sollen daher noch einige abweichende Fälle kurz gestreift werden. Handelt es sich z.B. um zwei Körper mit gleichen κ -Werten, aber verschiedenen λ -Werten, so wird die hohe Temperatur nach der Seite des Leiters mit größerem λ verschoben sein.

Bei Leitern von verschiedenem Leitvermögen, aber gleich großem λ/κ -Verhältnis, bleiben die angegebenen Beziehungen ohne Einschränkung gültig. Die Erhaltung der Konstanz von λ/κ beim Übergang von Metall zu Metall ist tatsächlich nach dem Wiedemann-Franz-Lorenz-Gesetz bei vielen Metallen gegeben.

Selbst bei dem Übergang von Metall zu Kohle, bei dem sich λ/κ stark ändert, gelangt man mit (1) bzw. (6) noch zu einigermaßen brauchbaren Ergebnissen.

Bei Verwendung von Elektroden aus verschiedenen Leitern muß eventuell noch die auftretende Peltiersche Wärme in Gestalt von Erwärmung oder Abkühlung berücksichtigt werden [4]. Da jedoch die differentielle thermoelektrische Kraft der meisten Kontaktmetalle etwa $2 \cdot 10^{-5}$ V/Grad ist, so ergibt sich selbst bei Kontaktspannungen bis herunter zu 0,5 V nur eine Abweichung von kleiner als 1%.

In einem homogenen Leiter kann außer der Jouleschen Wärme eine Wärmemenge erzeugt werden, die proportional dem dort herrschenden Temperaturgefälle sowie der hindurchgehenden Elektrizitätsmenge ist (Thomson-Effekt). Berücksichtigt man in Gl. (6) den Thomson-Effekt, so erhält man unter der für Metalle angenähert erfüllten Voraussetzung $\tau = \frac{\sigma \cdot \kappa}{\lambda} = \text{constant}$, anstelle (6) die Gl. (8):

$$\int_{t_0}^{t_{\max}} \varrho \lambda dt = \frac{1}{8} U^2 \left(1 - \frac{\tau}{3} u \right). \quad (8)$$

Der Einfluß des Thomson-Effektes wächst mit u , d. h. mit der Entfernung von der Stelle des Maximums ($u=0$ für t_{\max}). Die meisten τ -Werte liegen zwischen 0,1 und 1. Daraus ist zu ersehen, daß selbst für den ungünstigen Wert $\tau=1$ (bei Antimon und Wismutlegierungen) für ein $u=0,10$ V eine Beeinflussung der Übertemperatur nur um 3% eintritt.

Wird τu klein gehalten, so bewirkt der Thomson-Effekt keine Größenänderung des Temperaturmaximums, werden die Elektroden auf gleicher Temperatur

mann-Franz-Lorenzschens Gesetz ist für nicht zu tie Temperaturen

$$\frac{\lambda}{\kappa} = \lambda_0 = L T$$

$$\frac{\lambda}{\kappa} = \frac{2}{3} \left(\frac{k}{e} \right)^2 T = L T \quad (9)$$

T = absolute Temperatur.

Die Lorenzsche Zahl L ändert sich von Metall zu Metall meist nur sehr wenig. Nach der elementaren

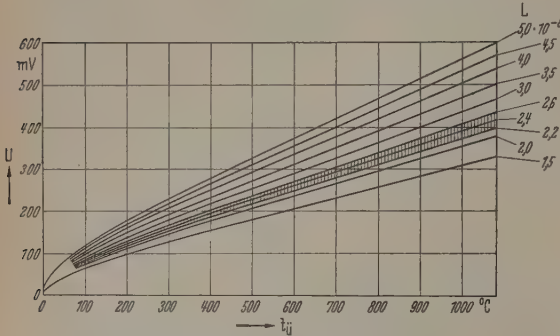


Abb. 1. Übertemperatur t_{θ} in Abhängigkeit von der Kontaktspannung U Endflächentemperatur $t_B = 20^\circ \text{C}$

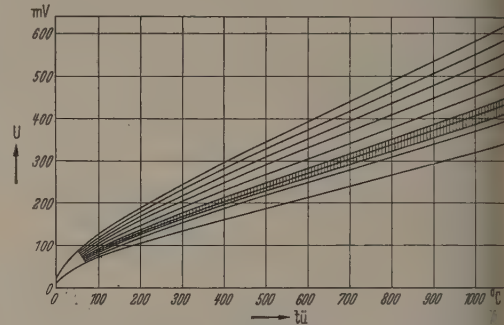


Abb. 2. Übertemperatur t_{θ} in Abhängigkeit von der Kontaktspannung U Endflächentemperatur $t_B = 70^\circ \text{C}$

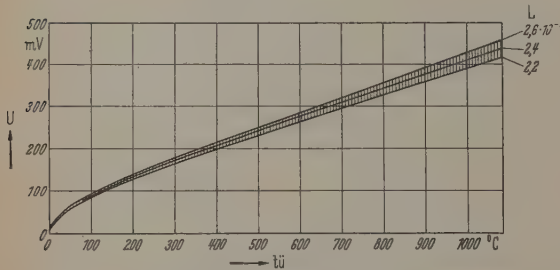


Abb. 3. Übertemperatur t_{θ} in Abhängigkeit von der Kontaktspannung U Endflächentemperatur $t_B = 100^\circ \text{C}$

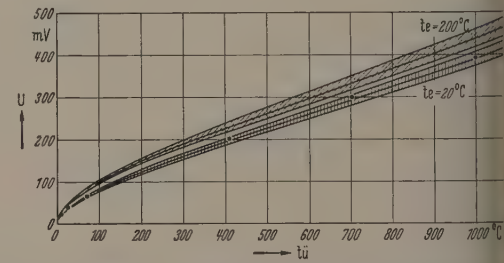


Abb. 4. Vergleich der Übertemperaturen t_{θ} bei verschiedenen Endflächentemperaturen t_B . Punkte: von HOLM für Kupfer errechnete Werte

gehalten, so wird durch den Thomson-Effekt die Maximaltemperatur nicht geändert, sondern es tritt nur eine Verschiebung des Maximums in der Richtung ein, in der der Strom die Wärme mitführt. Nach H. DIESELHORST [2] beträgt diese Verschiebung

$$U \cdot \frac{1}{6} U \tau,$$

wenn U die Potentialdifferenz für die ideale Elektrode darstellt, bei der keine Thomson-Wärme auftritt.

Bei der Berechnung des Temperaturzustandes nach (6) gehen die Eigenschaften des Materials mit dem Verhältnis λ/κ ein. Bei gleicher angelegter Spannung an das eine oder andere Metall von guter oder schlechter Leitung, jedoch von gleichem Leitverhältnis λ/κ , müssen somit im stationären Zustand dieselben Temperaturen herrschen. Es existiert auch eine Reihe reiner Metalle mit nahezu gleichem Leitverhältnis und annähernd gleicher Temperaturabhängigkeit. Damit wird die Maximaltemperatur nicht nur von den geometrischen Verhältnissen unabhängig, sondern sie ist auch bei dieser Gruppe von Leitern von deren individueller Beschaffenheit unabhängig. Nach dem Wiede-

Elektronentheorie der Metalle hat L bei höherer Temperatur den (9a) entsprechenden Wert von etwa $2,4 \cdot 10^{-8} (\text{Volt/Grad})^2$. Bei Berücksichtigung dieses Gesetzes geht (6) über in:

$$\int_{T_0}^{T_{\max}} L T dT = \frac{1}{2} L (T_{\max}^2 - T_0^2) = \frac{U^2}{8} \quad (10)$$

(T_0 absolute Endflächentemperatur).

Die maximale Temperatur im Engegebiet läßt sich aus (10) in Abhängigkeit von der Lorenzschens Zahl L und der Kontaktspannung U berechnen

$$T_{\max} = \sqrt{\frac{1}{4} \frac{U^2}{L} + T_0^2}. \quad (11)$$

Der Wert von L ist aber selbst für reinste Metalle nicht völlig gleich.

Eine umfassende Zusammenstellung der Werte von L für mehr oder weniger reine Materialien findet sich in der neuesten Auflage von 1959 des Tabellenwerkes von LANDOLT-BÖRNSTEIN [5].

F. PH. POTT [8] konnte für Kupfer in einem Temperaturbereich von 20 bis 800° C bei einer Meßgenauigkeit von $\pm 0,1 \cdot 10^{-8}$ (V/Grad)² den theoretischen Wert nach SOMMERFELD $L = 2,4 \cdot 10^{-8}$ (V/Grad)² bestätigen.

Da im Schrifttum bisher nur sehr spärliche Angaben über die in elektrischen Kontakten auftretenden stationären Temperaturen vorhanden sind — R. HOLM [4] hat nur Tabellen für Kupfer, Platin und Kohle an — ist es wünschenswert, eine allgemeine Übersicht zu schaffen. Es wurde deshalb, um zu umfassenden Aussagen zu gelangen, auf dem Wiedemann-Franz-Lorenz'schen Gesetz aufgebaut. Die besagten Gln. (10) und (11) dienen dabei als Unterlage. Die L -Werte wurden so gewählt, daß damit der weitaus größte Teil der Materialien erfaßbar ist. In den Abb. 1, 2, 3 und 4 sind die errechneten maximalen Übertemperaturen t_{max} für den stationären Zustand im Stromengebiet in Abhängigkeit von der Kontaktspannung übersichtlich dargestellt. Als Ausgangstemperaturen t_{B} von 20, 70, 100 und 200° C verwendet. Die Kurven sind jeweils schraffiert eingezeichnet. In den Abb. 4 sind zusätzlich von R. HOLM [4] nach Gl. (7) errechnete Werte für Kupfer vergleichsweise als Punkte eingetragen. Seiner Berechnung liegen folgende Daten zugrunde

$$\rho = \rho_0 (1 + \alpha T) = 1,76 \cdot 10^{-6} (1 + 0,004 T) \, \Omega \, \text{cm}$$

$$\lambda = 3,8 \, \text{W/cm Grad}.$$

Die Belastung eines Kontakts sind gewisse Grenzen gesetzt. So kann die Kontaktspannung nicht über die Schmelzspannung hinaus getrieben werden. Man wird daher in der Praxis die Kontakte nicht einmal bis zur Erweichungsspannung belasten. Bei ihr macht sich nämlich bereits ein Zusammensinken des Kontakts bemerkbar. Diese Veränderung des Engegebietes hat eine Erniedrigung des Kontaktwiderstandes zur Folge. In den Abb. 5 sind daher für verschiedene Metalle die Erweichungsspannungen und die Schmelzspannungen zusammengestellt [4].

Obwohl über das Leitverhältnis im *flüssigen Zustand der Metalle* nur geringes Material vorliegt, dürfte auch das Wiedemann-Franz-Lorenz'sche Gesetz auch in diesem Bereich seine Bedeutung behalten. Darauf beruht bereits das Verhalten von flüssigem Hg und geschmolzenen K-Na-Legierungen hin [6], wo sich für Werte von $3,64 \cdot 10^{-8}$ und $2,81 \cdot 10^{-8}$ ergaben. Zu diesen Aussagen kam in jüngerer Zeit auch R. W. POLL [7]. Er gelangte bei seinen Untersuchungen an reinem Cd, Pb, Sn, Zn und Hg ebenfalls zu einer Bestätigung des genannten Gesetzes, allerdings muß vorher angesetzt werden als bei reinen festen Metallen, nämlich mit $L \approx 3 \cdot 10^{-8}$ (V/Grad)².

Die bisherigen Betrachtungen beschränkten sich auf reine Metalle. Für die Technik der Kontakte spielen aber auch andere Stoffe, wie Legierungen, Kohlen, Carbide und Sintermaterialien eine bedeutende Rolle.

Bei *homogenen Legierungen* ist λ meist kleiner und ρ größer als bei reinen Metallen. Bei Überwiegen einer Legierungskomponente ist das Produkt $\lambda \rho$ nur wenig geändert. Durchschnittlich ist der L -Wert etwas größer als bei reinen Metallen. Während man bei hohen

Tabelle 1

	Grundmetall			
	Cu	Al	Mg	Fe
$L'_0 \cdot 10^8 \, \text{cal Grad}^{-2} \, \text{sec}^{-1}$	0,571	0,502	0,526	0,625
$\alpha \cdot 10^4$	0,018	0,003	0,026	0,006

Temperaturen angenähert den für reine Metalle theoretischen Wert erreicht, ist der Abfall bei Legierungen bei tiefen Temperaturen sehr viel geringer.

SMITH und PALMER [9] geben folgende Beziehung zur Bestimmung der Lorenz'schen Zahl von Legierungen bis zu ziemlich hohen Molenbrüchen ($\gamma \approx 0,3$) für Temperaturen oberhalb Zimmertemperatur an

$$\frac{\lambda}{\alpha T} = L = L'_0 + \frac{\alpha}{\alpha T}. \quad (12)$$

Die nahezu temperaturunabhängigen Größen L'_0 und α sind nur vom Grundmetall abhängig, wobei L'_0 nur angenähert mit dem L des Grundmetalls übereinstimmt. Die Tabelle 1 bringt einige dafür ermittelte Zahlenwerte.

Daß die L -Werte von Legierungen oftmals nicht stark von den Werten für reine Metalle abweichen, zeigen bereits einige Beispiele: So ergibt sich für Nickelstähle verschiedener Zusammensetzung ein L zwischen $2,0$ und $3,0 \cdot 10^{-8}$, für Al-Legierungen ist $L = 2,2\text{--}2,6 \cdot 10^{-8}$. Bemerkenswert ist, daß F. PH. POTT [8] für die Kupfer-Palladium-Legierungsreihe bei einem Palladiumgehalt bis nahezu 60 Atom-% mit dem theoretischen Wert übereinstimmende L -Werte messen konnte. Im Unordnungszustand treten Abweichungen auf und L erreicht den Wert $3,1 \cdot 10^{-8}$.

Ausgesprochen große Werte ergaben sich bei Antimon-Cadmium-Legierungen ($L = 243$), s. Tabelle 2.

Bei Anwendung der Formel (11) für Legierungen können Schwierigkeiten darin auftreten, daß das Produkt $\lambda \rho$ oft nicht mehr proportional zu T ist. In

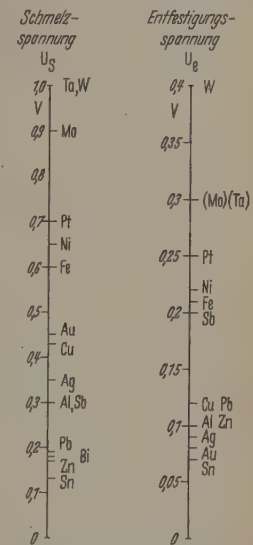


Abb. 5. Schmelz- und Entfestigungsspannung verschiedener Metalle

Tabelle 2 L -Werte 10^{-8} (V/Grad)²

Legierung	R. HOLM [4]	Legierung	W. MEISSNER [6]
Ag, 10 Cu	3,0	Cd—Sb:	
Ag, 3 Pd	3,0	100 Cd	2,91
Ag, 40 Pd	4,33	66,7 Cd	15,2
Cu, 40 Zn	2,92	48,3 Cd	243
Cu, 10 Sn	3,09	33,3 Cd	18,6
Cu, 2,4 Be	3,68	100 Sb	2,28
Pt, 10 Ir	3,43	Bi—Sb:	
Pt, 25 Ir	3,60	100 Bi	4,1
Constantan	3,95	89 Bi	3,7
German		50 Bi	5,1
Silver	3,4	30 Bi	4,4
Stainless		100 Sb	4,4
Steel	3,22—4,08		

diesem Falle wird die $u-t$ -Beziehung besser durch Gl. (6) ausgedrückt.

Die Tabelle 3 bringt eine Zusammenstellung der Lorenzschen Zahl von Kohlen, Carbiden und Sinterstoffen. Sie lassen sich nach Angaben von HOLM [4] für eine Temperatur von 18° C errechnen.

Tabelle 3

Stoff	$L \cdot 10^{-8} \text{ (V/Grad)}^2$
Baked Carbon	68,8
Electrogr. brush	103—361
Graphite	377
Graphite	132,2 bei 1000° C
Graphite	41,25 bei 2000° C
WC, 13 Co	4,82
WC	5,92
TiC, Co	5,92
<i>Sintermaterialien:</i>	
W, 25 Ag	2,76
W, 35 Cu, 0,5 Ni	2,74

Schlechte Leiter ergeben große L -Werte, z.B. Graphit $L \approx 400$, Silicium $L = 17000$ und Fe-Oxyd $L = 19000$.

Dieser große Anstieg der Lorenzschen Zahl wird auf den Anteil der „nichtmetallischen“ Wärmeleitfähigkeit zurückgeführt. Selbst bei Metallen müßte man neben der eigentlichen „metallischen“ Wärmeleitfähigkeit — sie soll proportional der elektrischen sein — noch diese Isolatorleitfähigkeit unterscheiden. Sie macht sich um so stärker bemerkbar, je geringer die elektrische Leitung ist [10]. Das verschiedene Verhalten der metallischen und nichtmetallischen Leitfähigkeit wird von A. EUCKEN und G. GEHLHOFF [11] „Kristalleitfähigkeit“ genannt. Eine genauere Betrachtung unterteilt die Wärmeleitfähigkeit in Elektronenleitfähigkeit und Gitterleitfähigkeit, wobei der letzte Anteil bei Metallen im Verhältnis zum elektronischen Anteil klein ist (meist weniger als 1%).

Diese Aufteilung der Wärmeleitfähigkeit ermöglicht ein besseres Verständnis auch bei komprimierten Metallpulvern. So stellte sich heraus, daß die Kristalleitfähigkeit eines einheitlichen Kristalles wesentlich größer ist als die eines feinkristallinen Aggregats. Zur Deutung führt man an, daß an den Kristallgrenzen kleine Temperatursprünge auftreten. Dagegen hänge der metallische Anteil von λ und die spezifische elektrische Leitfähigkeit nur sehr wenig von der Größe der Kristalle ab. Das besagt, daß bei gepreßten Metallpulvern das Verhältnis λ/κ kleiner sein müßte als bei kompakten Metallen. Andererseits ergaben Messungen an komprimiertem Wismutpulver trotzdem größere Werte für das Leitfähigkeitsverhältnis [12]. Diese Abweichungen können mit absorbierten Gashäuten erklärt werden [13].

Die stationären Temperaturen im Stromengebiet elektrischer Kontakte werden mittels des Wiedemann-Franz-Lorenzschen Gesetzes in einem breiteren Umfange beschrieben. Dabei ist zu beachten,

daß dieses Gesetz nur eine beschränkte Gültigkeit besitzt. Bewegt man sich außerhalb dieser Grenzen, ist bei der Berechnung der maximalen stationären Temperatur die Gl. (6) zu verwenden.

Die Betrachtungen beziehen sich auf ruhende Kontakte. Bei bewegten Kontakten (z.B. Gleitkontakten) wird durch zu kurze Berührung der stationäre Zustand nicht erreicht und die Kontakttemperaturen liegen dann unterhalb der maximalen Temperatur. Eben wurden bei den Kontaktflächen reine metallische Flächen vorausgesetzt. In den allermeisten Fällen sind aber die Kontakte mit Fremdschichten überzogen. Bei Erreichung einer bestimmten Spannung, der Fritspannung, werden diese Fremdhäute an gewissen Stellen zerstört und gut leitende Brücken aufgebaut. Da in neuerer Zeit Sinterwerkstoffe unter den Kontaktmaterialien einen immer größer werdenden Platz einnehmen, über deren Leitfähigkeitsverhältnisse abfast keine Unterlagen vorliegen, so sollte gerade dieser Mangel durch verstärkte experimentelle Messungen behoben werden.

Zusammenfassung

Die Erwärmungsprobleme an elektrischen Kontakten sind nicht nur rein physikalisch interessant, sondern sie sind auch für die praktische Verwendbarkeit der Kontaktmaterialien von großer Bedeutung.

Die beherrschende Potential-Temperatur-Beziehung formuliert für den stationären Zustand den Zusammenhang zwischen der erreichbaren maximalen Temperatur im Stromengebiet und der Kontaktspannung in Abhängigkeit von dem Leitfähigkeitsverhältnis der Elektrode. Fügt man nun in diese Beziehung das Wiedemann-Franz-Lorenzsche Gesetz ein, so gelangt man zu umfassenden allgemein gültigen Aussagen über die Temperaturverhältnisse in elektrischen Kontakten.

Zum Schluß möchten wir noch Herrn Direktor Dr. A. SIEMENS und Herrn Dr. W. HÄNLEIN für das große Interesse und die Förderung dieser Arbeit danken.

Literatur: [1] KOHLRAUSCH, F.: Ann. Phys., Lpz. 1, 1 (1900). — [2] DIESSELHORST, H.: Ann. Phys., Lpz. 1, 1 (1900). — [3] HOLM, R.: Die technische Physik der elektrischen Kontakte, S. 22. Berlin: Springer 1941. — [4] HOLM, R.: Elektrische Kontakte, S. 118. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1958. — [5] LANDOLT-BÖRNSTEIN: Bd. II/6, S. 97, 109. 1959. — [6] MEISSNER, W.: Jb. Radioakt. u. Elektro 17, 229 (1920). — Handbuch der Experimentalphysik, Bd. XI S. 189—193 (1934). — [7] POWELL, R. W.: J. Iron Steel Inst. 162, 315 (1949). — [8] POTT, F. Ph.: Z. Naturforsch. 1, 215 (1958). — [9] SMITH, C. S. A., and W. PALMER: Met. Techn. 2, No. 5 (1935). Techn. Tabl. 648 (Amer. Inst. of Metallurg. Eng.). — [10] GRÜNEISEN, E., u. H. ADENSTEIN: Ann. Phys. 81, 714 (1938). — [11] EUCKEN, A., u. G. GEHLHOFF: Verh. dtsh. phys. Ges. 14, 169 (1912). — [12] GEHLHOFF, G., u. F. NEUMEIER: Verh. dtsh. phys. Ges. 15, (1913). — [13] EUCKEN, A., u. O. NEUMANN: Z. phys. Chem. 111, 431 (1924).

Dozent Dr. H. SCHREINER und Dr. F. WENDLER
Siemens-Schuckert-Werke AG.,
Zentral-Werksverwaltung Nürnberg

Vorträge von der Tagung der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus in Wiesbaden vom 17.—19. 10. 1961 *

Messungen zum Hall-Effekt in binären Mischkristallreihen des Eisens

Von WERNER JELLINGHAUS und MIGUEL PEDRO DE ANDRÉS

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 9. November 1960)

Bei den Übergangsmetallen wird die Elektrizitätsleitung nur zum Teil von Elektronen der äußersten Schale besorgt; daneben findet sich, der unvollständigen Besetzung der zweitäußersten Elektronenschalen entsprechend, ein Anteil von Löcherleitung. Der Anteil der Löcherleitung äußert sich im positiven Vorzeichen der Hall-Konstante; als Beispiele sind zu nennen die Metalle Chrom und Eisen aus der ersten großen Periode des Systems, die Metalle Rhodium und Ruthenium aus der zweiten und Iridium aus der dritten großen Periode [1].

Die ausgedehnten binären Mischkristallreihen der Übergangsmetalle geben die Möglichkeit, den Einfluß

des Eisens, erhöhen ebenfalls den spezifischen Widerstand. Ein deutlicher Zusammenhang mit der Differenz der Ordnungszahlen ist aber nicht zu erkennen. Nach Abb. 1 ist der Einfluß der Nachbar-elemente auf die Konstante R_1 des außerordentlichen,

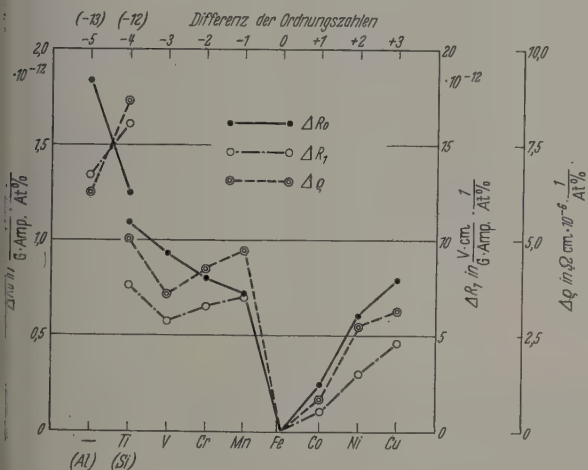


Abb. 1. Atomare Erhöhung der Hall-Konstante R_0 , der Hall-Konstante R_1 und des spezifischen Widerstands durch Legierungszusätze in Abhängigkeit von der Differenz der Ordnungszahlen

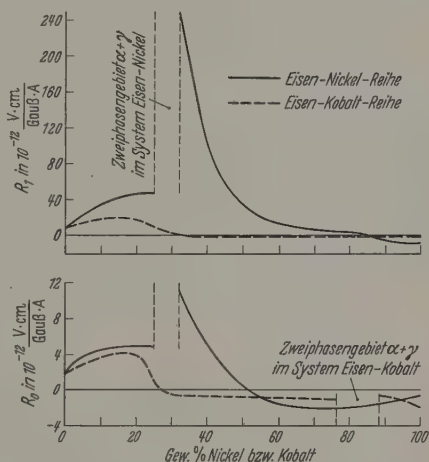
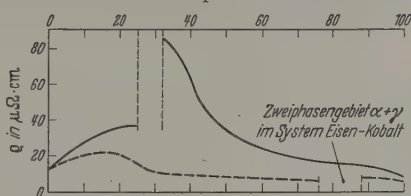


Abb. 2. Verlauf des Widerstandes und der Hall-Konstanten R_1 und R_0 in den Legierungsreihen Eisen-Nickel und Eisen-Kobalt

der Nachbar-elemente auf den Hall-Effekt und den Leitungsmechanismus zu prüfen. Die Messungen wurden bei rund 20° C ausgeführt.

Die Herstellung der hierfür benötigten Legierungen, der Reinheitsgrad, die Wärmebehandlung sowie Einzelheiten zur Meßtechnik werden an anderer Stelle beschrieben [2].

Die Wirkung kleiner in fester Lösung aufgenommenen Zusätze auf den spezifischen Widerstand des Eisens, d.h. die auf einen Zusatz in Höhe von 1 At.-% bezogene atomare Widerstandserhöhung war bereits bekannt (neuere Zusammenfassungen der weit verstreuten Meßergebnisse finden sich bei F. PAWLEK und H. REICHEL [3] und bei E. HOUDREMENT [4]). Bei Zusatz von Elementen, deren Ordnungszahl größer ist als die des Eisens, steigt die atomare Widerstandserhöhung mit zunehmender Differenz der Ordnungszahlen. Elemente, deren Ordnungszahl kleiner ist als

magnetisierungsabhängigen Hall-Effekts ähnlich dem Einfluß auf den Widerstand. R_1 wird in allen Fällen durch kleine Zusätze erhöht; die relative Änderung je Atom.-% ist ungefähr doppelt so groß wie die des Widerstandes.

Die positive Konstante R_0 des Hall-Effektes der magnetisch gesättigten eisenreichen Legierungen wird durch die Legierungselemente vergrößert. Die Vergrößerung tritt unabhängig davon, ob die Ordnungszahl des Legierungselementes größer oder kleiner ist als die Ordnungszahl des Eisens. Bei den Elementen Co, Ni und Cu wächst die atomare Änderung von R_0 annähernd linear mit der Differenz der Ordnungszahlen; bei den Elementen Mn, Cr, V, Ti, Si und Al nimmt die atomare Änderung zwar nicht linear, aber doch monoton mit steigender Differenz der Ordnungszahlen zu.

In Legierungsreihen des Nickels scheint ähnliches zu gelten; denn ein Eisenzusatz in Höhe von 1 At.-% wirkt stärker als ein gleich hoher Kobaltzusatz [5].

* Die restlichen 12 Arbeiten folgen in Heft 4.

Bei gemischter Elektronen- und Löcherleitung ist die Hall-Konstante nicht mehr einfach dem Kehrwert der Ladungsträgerdichte proportional. Nach einer Theorie von E. H. SONDHEIMER [6] ist der Quotient M aus Hall-Konstante, R_0 und dem Quadrat des spezifischen Widerstands ϱ proportional der Differenz der Produkte von Löcherzahl n_h bzw. Elektronenzahl n_e pro Atom multipliziert mit den Quadraten der Beweglichkeiten (v_h oder v_e).

$$M = \frac{R_0}{\varrho^2} \cdot \frac{A}{e \cdot N_L \cdot \gamma} = n_h v_h^2 - n_e v_e^2.$$

Diese Funktion wird bei der Mischkristallbildung mit kleinen Legierungszusätzen zu Eisen stets verkleinert; wahrscheinlich ist dies als Abnahme der Löcherbeweglichkeit zu verstehen.

In den ausgedehnten Mischkristallreihen Eisen-Nickel und Eisen-Kobalt durchlaufen die spezifischen Widerstände Höchstwerte; der steile Abfall des Widerstands erfolgt im System Eisen-Nickel zwischen etwa 30 und 50 At.-% Ni innerhalb der flächenzentrierten Mischkristallreihe und im System Eisen-Kobalt zwischen 18 und 30% innerhalb der raumzentrierten Mischkristallreihe; Abb. 2.

Phasengrenzen kommen als Ursache des Steilabfalles nicht in Frage. In dem Konzentrationsbereich der starken Widerstandsabnahmen werden auch die Konstanten des Hall-Effekts, die bei kleineren Legierungszusätzen zum Eisen zunächst stark ansteigen, wieder merklich kleiner und unterschreiten bei höheren Gehalten sogar Null. Die Widerstandsabnahme und die starke Erniedrigung der positiven Hall-Konstanten bis zum Vorzeichenwechsel haben offenbar die gleiche Ursache; mit abnehmendem Eiengehalt wird der Anteil der Löcherleitung und der Anteil der

Elektronenleitung größer. Die Eigenschaftsänderungen in der Eisen-Kobaltreihe sind kleiner als die Änderungen in der Eisen-Nickelreihe. Dies kann wohl durch die kleinere Differenz der Ordnungszahlen erklärt werden. Überraschend ist nur die Beobachtung, daß der Nulldurchgang der K-Hallkonstanten R_0 in der Eisen-Kobalt-Reihe bei höherem Eisengehalt stattfindet als in der Eisen-Nickel-Reihe. Nach dem arithmetischen Mittel der Elektronenzahl je Atom hätte man eher das Umgekehrte erwarten sollen. Es bleibt offen, ob außer den Elektronenzahlen auch die magnetischen Momente der Atome einen Einfluß ausüben.

Zusammenfassung

Bei Ersatz des Eisens durch Kobalt oder Nickel treten innerhalb der Mischkristallreihen Vorzeichenwechsel beider Hall-Effekte ein, jedoch bei ungleichen Konzentrationen. Kleine, im Eisengitter lösliche Zusätze der benachbarten Elemente von Titan bis einschließlich Kupfer erhöhen die Hall-Konstante R_0 . Die Wirkung der zugesetzten Elemente steigt mit der Differenz der Ordnungszahlen.

Literatur: [1] JAN, J. P., in: Solid State Physics, herausgeg. von F. SEITZ u. D. TURNBULL, Bd. 5, Galvanomagnetism and thermomagnetic Effects in Metals, S. 3/96. New York: Academic Press Inc. 1957. — [2] JELLINGHAUS, W., u. M. P. DE ANDRÉS: Ann. d. Phys., VII. F. 5, 187/199 (1960). — FeNi-Legg.; FeCo- und andere Legg. Ann. Physik (1961, in Druck). — [3] PAWLEK, F., u. K. REICHEL: Metall 1958, 1-6. — [4] HOUDEMONT, E.: Handbuch der Sonderstahlkunde 3. Aufl., Bd. I, S. 109. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1956. — [5] FONER, S., and E. M. PUGH: Phys. Rev. 92 (1953). — [6] SONDHEIMER, E. H.: Proc. Roy. Soc. Lond. A 193, 484-486 (1948).

Dr. WERNER JELLINGHAUS und

Dr. MIGUEL PEDRO DE ANDRÉS,

Max Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf

Messung der Magnetisierung in der Oberfläche von Eisen-Silizium-Einkristallen mit Hilfe des vergrößerten magnetooptischen Kerr-Effektes

Von JAKOB KRANZ und BENNO PASSON

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 18. Oktober 1960)

Zur Beobachtung von Bereichsmustern in der Oberfläche ferromagnetischer Materialien kann neben der Bitterstreifentechnik auch der durch Aufdampfschichten vergrößerte magnetooptische Kerr-Effekt verwendet werden [1], [2]. Während bei ersterer nur die Bereichsgrenzen sichtbar gemacht werden, wird bei der Methode des Kerr-Effektes jedem Bereich eine bestimmte Helligkeit zugeordnet, die nur von der Richtung seiner Magnetisierung abhängt. Mißt man daher mit Hilfe eines Sekundärelektronenvervielfachers die pauschale Helligkeit über eine größere Anzahl Weißer Bereiche oder auch über mehrere Kristallite, so kann man daraus Rückschlüsse auf die mittlere Magnetisierung in dem ausgemessenen Oberflächenstück ziehen. Treten insgesamt nur zwei verschiedene Helligkeitswerte, d.h. Magnetisierungszustände auf, so wird die Auswertung und Interpretation der Meßergebnisse besonders einfach: die gemessene Helligkeit ist dann der Oberflächenmagnetisie-

rung direkt proportional. Deshalb wurden die Messungen größtenteils an Eisen-Silizium-Einkristallen durchgeführt, deren [100]-Achse parallel zum angelegten Feld und der Probenoberfläche lief oder mit ihr nur einen kleinen Winkel φ bildete, während die beiden anderen Vorzugsrichtungen der Magnetisierbarkeit mit der Oberfläche Winkel größer als 30° einschlossen. Bei einer solchen Orientierung treten nur parallel zur [100]-Achse laufende 180° -Wände und damit nur zwei Magnetisierungszustände auf. Zwar ändert sich auch hier im Laufe der Drehprozesse die für die Kerr-Drehung verantwortliche Komponente der Magnetisierung parallel zu Feld und Oberfläche, doch kann man bei Beschränkung auf den Bereich der Wandsverschiebungen die vereinfachende Voraussetzung mit zwei diskreter Magnetisierungszustände beibehalten.

Mißt man nun den Helligkeitsverlauf beim Durchfahren der Hysterese, so erhält man Oberflächenmagnetisierungskurven, die im folgenden als „Kerr-

„Hysteresen“ bezeichnet werden sollen. Abb. 1a zeigt die typische Kerr-Hysteresese. Auf der Ordinate ist die Helligkeit direkt proportionale Oberflächenmagnetisierung I_k und auf der Abszisse die Feldstärke in beliebigen Einheiten aufgetragen. Besonders ungewöhnlich ist die Form der Kerr-Hysteresese und ihr Vergleich zu einer normalen Volumenmagnetisierung entgegengesetzter Umlaufsinn.

Zur Messung der Kerr-Hysteresese in Abb. 1a wurde ein Einkristall verwendet, dessen [100]-Achse bis auf die Unsicherheit von $\pm 0,5^\circ$ in der Oberfläche lag. Schließt die [100]-Achse mit der Oberfläche dagegen einen kleinen Winkel φ ein, so ändert sich die Kerr-Hysteresese erheblich. Abb. 1b zeigt die Kerr-Hysteresese des Einkristalls mit der Neigung $\varphi \approx 1^\circ$. Die beiden Kurvenzüge haben sich einander genähert und fallen bei Vergrößerung von φ auf etwa 6° völlig zusammen (Abb. 1c). Gleichzeitig verschwinden die Extremstellen. Wegen der linearen Beziehung zwischen Helligkeit und Magnetisierung kann die Kerr-Hysteresese einfach interpretiert werden. Zu diesem Zweck seien die Reihe nach die in Abb. 3 dargestellten Aufnahmen betrachtet, aus denen die Magnetisierungsvorgänge in der Oberfläche eines Einkristalls beim Durchlaufen des ganzen Hystereseseastes von der „Sättigung Dunkel“ ($I_k=0$) bis zur „Sättigung Hell“ ($I_k=1$) zu sehen sind. Abb. 2 zeigt den entsprechenden Kerr-Hystereseseast. In dieses Diagramm sind 12 Punkte eingezeichnet, die zu den einzelnen Aufnahmen gehören. Gleichzeitig ist in das Diagramm (gestrichelt) mit einem Fluxmeter gemessene Volumenmagnetisierung I_v eingetragen, für die ebenfalls die Grenzwerte 0 und 1 eingeführt werden. Wegen des großen Ummagnetisierungsfaktors der Probe und der kleinen Permeabilitätszahl des Probenmaterials wird die Volumenmagnetisierung im verwendeten Maßstab durch einen einzigen Kurvenzug dargestellt. Aus Abb. 2 und 3 läßt sich für die Ummagnetisierungsvorgänge im Verlaufe des Hystereseseastes folgendes Schema ableiten:

In der „Sättigung Dunkel“ zeigen alle Magnetisierungsvektoren in die Feldrichtung, drehen dann aber bei abnehmender Feldstärke in die am nächsten liegende Vorzugsrichtung, die [100]-Achse. Dadurch besteht eine zur Oberfläche senkrechte Komponente der Magnetisierung. Die dabei aufgewendete Streufeldenergie wird durch Ausbildung von kleinen, pfeilförmigen Ausgleichszwickeln mit entgegengesetzter Magnetisierung (Hell) verringert (Abb. 3a). Beim Einsetzen der Wandverschiebungen erfolgt eine Vergrößerung dieser Ausgleichszwickel: sie dienen als Nische für Bereiche entgegengesetzter Magnetisierung (Abb. 3b). Mit abnehmendem Feld verlängern sich diese Nischen und verschmelzen dabei teilweise (Abb. 3c, d). Schließlich erreichen sie den gegenüberliegenden Rand der Beobachtungsfläche und bilden sich zu Balken aus (Abb. 3e). Die aus den Zwickeln entstandenen Bereiche vergrößern sich weiter durch Parallelverschiebung ihrer Begrenzungsflächen, bis sie fast die gesamte Oberfläche bedecken (Abb. 3f). Zu einer völligen Bedeckung kommt es allerdings nicht, da sich wegen der Magnetisierungsnormalkomponenten in den Balkenbereichen nun wieder neue Ausgleichszwickel bilden (Abb. 3g, h). Wie man auch aus Abb. 2 ersieht, wird dadurch die Ummagnetisierung der Oberfläche teilweise wieder rückgängig gemacht. Schließlich werden diese neuen Zwickel wieder kleiner

(Abb. 3i, k), bis sie beim Einsetzen der Drehprozesse im gleichen Maße verschwinden, wie die Normalkomponente der Magnetisierung (Abb. 3l, m).

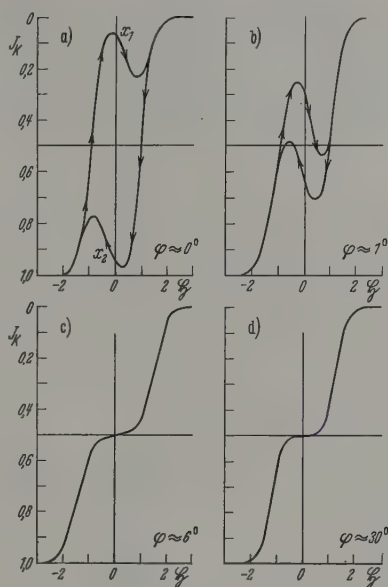


Abb. 1a—d. Oberflächenmagnetisierung von Eisen-Silizium-Einkristallen (I_k und H in willkürlichen Einheiten)

Mit Hilfe dieses Modells läßt sich der Zusammenhang zwischen Oberflächen- und Volumenmagnetisierung im Bereich der Wandverschiebungen mathematisch formulieren. Die so berechneten Kerr-Hysteresesen

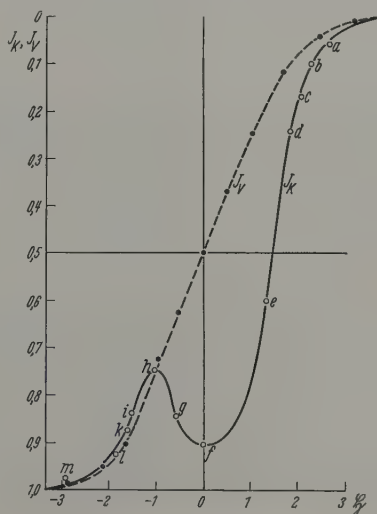


Abb. 2. Volumen- und Oberflächenmagnetisierung eines Einkristalls mit φ etwa $0,5^\circ$

stimmen mit den gemessenen Werten hinreichend gut überein. Zu einer Beschreibung der Kerr-Hysteresese für große Neigungswinkel führen andere Überlegungen: Mit wachsender Neigung φ der [100]-Achse gegen die Oberfläche werden die auftretenden Ausgleichszwickel kleiner und zahlreicher. Nimmt man an, daß jeder in der Oberfläche sichtbare Weißsche Bereich

zu einem nur von der Neigung abhängenden Bruchteil mit Ausgleichsziwickeln bedeckt ist, so läßt sich ein

auch diesen Kerr-Hysteresetyp beschreibender An-
druck ableiten. Im Grenzfall sehr starker Neigung

beträgt der Anteil der Ziwickel an der Oberfläche 50%. In diesem Fall wird die parallel gemessene Oberflächenmagnetisierung in der Umgebung der Koerzitivkraft fast unabhängig. Abb. 1d zeigt die Kerr-Hysteresese eines Einkristalls mit einer Neigung von ungefähr 30° , bei der dieser Grenzfall bereits eingetreten ist.

Sowohl die Anomalie als auch der prozentuale Anteil der Ziwickel an der Oberfläche können zur Orientierungsbestimmung von Einkristallen und polykristallinen Proben verwendet werden. Diese Methode besitzt bei der Orientierungsbestimmung von polykristallinem Material den größten Vorteil, sofort dessen mittlere Orientierung zu liefern, daß sie besonders bei der Bestimmung der Vorzugsrichtung von kornorientierten Transformatorblechen angewendet werden könnte. Einzelheiten über dieses Verfahren sollen einer demnächst erscheinenden Arbeit mitgeteilt werden.

Zusammenfassung

Mit Hilfe des verstärkten magnetooptischen Kerr-Effektes wird die Oberflächenmagnetisierung von Eisen-Silizium-Einkristallen bestimmt. Es zeigt sich, daß diese grundsätzlich von der Volumenmagnetisierung abweicht. Es wird eine modellmäßige Vorstellung zur Deutung dieses Sachverhaltes abgeleitet.

Literatur: [1] KRANZ, J.: Naturwissenschaften 43, 370 (1956).
[2] KRANZ, J., u. W. DRECHSEL: Z. Physik 150, 632 (1958).

Dr. JAKOB KRANZ
und Dipl.-Phys. BENNO PASSON
I. Physikalisches Institut
der Universität München,
Geschwister-Scholl-Platz

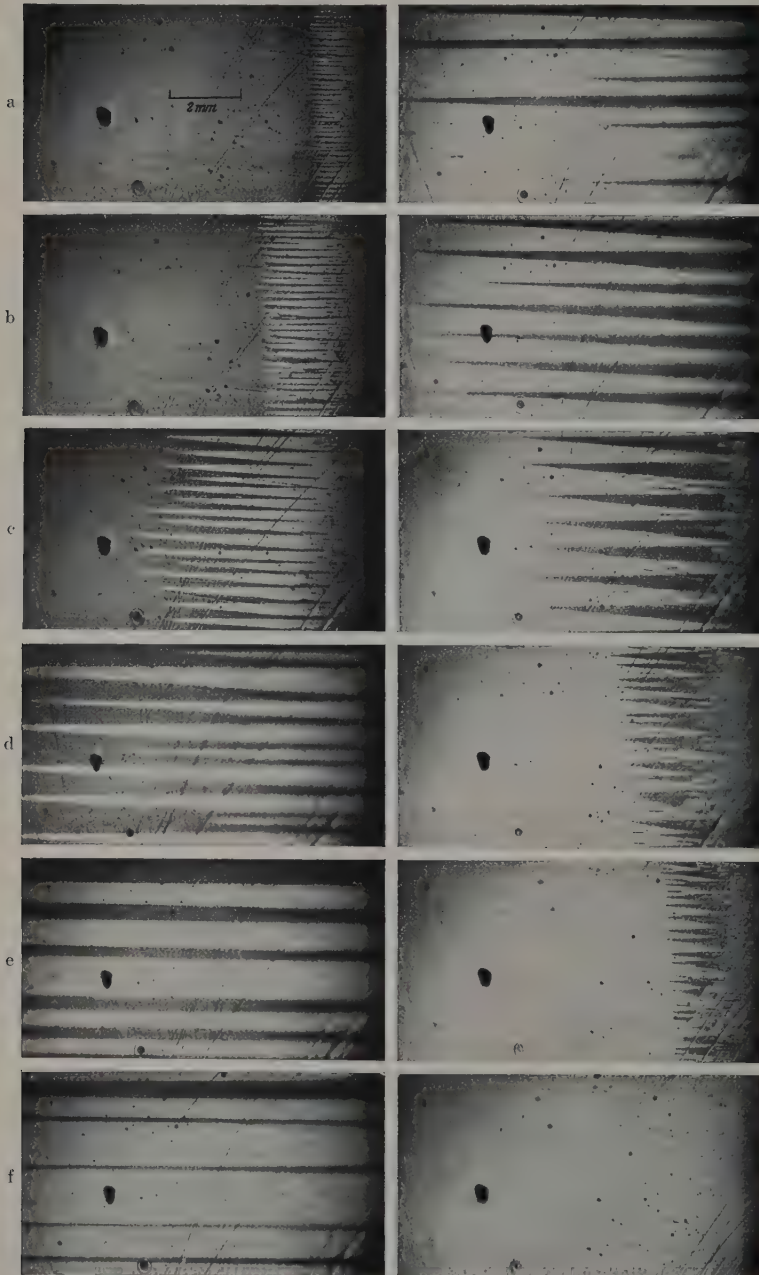


Abb. 3 a—m. Ummagnetisierung der Oberfläche eines Einkristalls mit φ etwa $0,5^\circ$

Die Eigenspannungsenergie der Blochwand

Von MAX HIEKE, ERHARD MAX und HORST-GUIDO MÜLLER

Mit 8 Textabbildungen

(Eingegangen am 31. August 1960)

I. Einleitung

Die Ummagnetisierung eines magnetischen Körpers durch die irreversible Verschiebung einer einzigen 10^9 -Blochwand (magnetische Bereichsgrenze zwischen zwei entgegengerichtet magnetisierten Bereichen) war der Gegenstand zahlreicher Untersuchungen [1–12]. Für die Bewegungsgeschwindigkeit der Blochwand fanden K. SIXTUS und L. TONKS [1] die empirische Beziehung

$$v = A(H - H_0). \quad (1)$$

(A äußere Feldstärke in Bewegungsrichtung, H_0 Grenzfeldstärke, d. h. die Feldstärke, bei der die Geschwindigkeit der Blochwand Null ist, A Proportionalitätskonstante.)

Sie konnte in allen Fällen, bei denen die Geschwindigkeit $v \leq 1$ km/sec war, gut bestätigt werden. Für die theoretische Deutung der Gestalt der bewegten Blochwand und der Größen v , A und H_0 wurden die Wirbelstromenergie, die Kristallenergie, die äußere Spannungenergie, die Spinaustauschenergie und die Energie der inneren Spannungen herangezogen.

Neben diese Energieanteile soll hier die magnetoelastische Eigenspannungsenergie der Blochwand gestellt werden. Sie muß aufgebracht werden vermöge der magnetostriktiven Deformation, die durch die unterschiedliche Magnetisierung des Wandinneren von den angrenzenden Gebieten bedingt ist. Die Eigenspannungsenergie ist nur dann gleich Null, wenn die Blochwand eben ist, oder wenn die Magnetostriktion Null ist. Der erste Fall wird nur bei kleinen Wandgeschwindigkeiten und sehr geringer Wirbelstromdämpfung auftreten. Man muß also im allgemeinen damit rechnen, daß die Blochwand ein magnetoelastisches Eigenspannungsfeld besitzt, das Wirkungen auf den Ummagnetisierungsvorgang ausübt, falls es eine beträchtliche Größe besitzt. Es ist somit das Ziel der vorliegenden Arbeit, die Größenordnung der Eigenspannungsenergie zu bestimmen und sie mit einem anderen Energieanteil, es wird die Wirbelstromenergie gewählt, zu vergleichen. Außerdem kann die Kenntnis der Verteilung der Eigenspannungsenergie, wie auch der anderen Energieanteile, eine Aussage über die Käfte gestatten, die an der Blochwand wirken.

Eine exakte Untersuchung des Ummagnetisierungsvorganges, wie er mit Gl. (1) beschrieben wird, verlangt eine Behandlung als Diffusionsvorgang. Auf sie wird jedoch wegen des großen mathematischen Aufwandes verzichtet. Hier soll allein die Eigenspannungsenergie berechnet werden. Dies ist auf einfache Art für eine ruhende Blochwand in guter Näherung möglich. Für die Übertragung auf die bewegte Blochwand wird ein Modell für die Dynamik des magnetostriktiven Eigenspannungsfeldes der Blochwand vorgeschlagen, das sich in Abweichen der Wandgeschwindigkeit von der in einer Beziehung nach Gl. (1) zu verstehen gestattet. Die Berechnung der Eigenspannungsenergie erfordert die genaue Kenntnis der Blochwandgestalt,

besonders in der Nähe der Drahtoberfläche, und macht die Annahme notwendig, daß die Gestalt von der Geschwindigkeit nicht abhängt. Der beabsichtigte Vergleich mit der Wirbelstromenergie erfordert die Bestimmung der Wandgeschwindigkeit. Diese Größen werden experimentellen Untersuchungen entnommen, über die im Abschnitt II berichtet wird.

II. Experimenteller Teil

1. Versuchsmaterialien und Meßanordnung

Die Wahl des Probenmaterials war durch die Forderung bestimmt, daß ein großer Barkhausen-sprung mit nicht ebener 180° -Blochwand erzeugbar und daß der Ummagnetisierungsvorgang mit einem

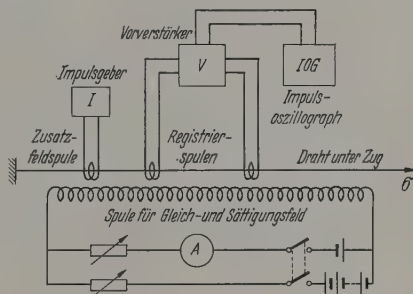


Abb. 1. Schema der Meßanordnung zur Untersuchung großer Barkhausen-Sprünge

Wirbelstromeffekt verbunden sein sollte. Zur Vereinfachung des Rechnungsvorganges empfahl es sich weiterhin, Material mit kreisförmigem Querschnitt und isotoper Magnetostruktionskonstanten zu benutzen. Hier bot sich die Legierung 60 Ni–40 Fe in Form eines dünnen Drahtes an, der unter Zugspannung den gewünschten Effekt zeigt. Die Drahtdicke wurde, anknüpfend an frühere Untersuchungen [1–3], 0,2 und 0,1 mm gewählt. Die Proben hatten durch die Kaltverformung eine ausgeprägte Ziehtextur und besaßen hohe innere Spannungen. Nach einer Glühbehandlung bei 850°C unter Wasserstoffschutzgas zeigte die Röntgenanalyse noch eine (111)-(200) Textur. Das Korngrenzenbild ergab, daß das Material äußerst feinkristallin und nicht sekundär rekristallisiert war. Die Messungen erfolgten an der geglähten und an der nur um wenige Prozente gereckten Probe.

Die Meßanordnung war im Prinzip dieselbe wie die von SIXTUS und TONKS sowie DIJKSTRA und SNOEK verwendete, sie ist in der Abb. 1 dargestellt. Zur Unterdrückung von Störspannungen war mit den Registrier-Spulen in Reihe je eine Kompensationsspule geschaltet. Das Zusatzfeld zur Herstellung eines Umkehrbereiches wurde durch den Stromstoß eines Rechteckimpuls-impuls-generators mit variabler Amplitude und Impulsbreite erzeugt. Vorverstärker und Impulsoszillograph waren für eine verzerrungsfreie Wiedergabe ausgelegt. Der Ummagnetisierungsvorgang wurde bei Variation aller äußeren Bedingungen untersucht.

2. Experimentelle Ergebnisse

Für die Auswertung wurden nur solche Ummagnetisierungsvorgänge herangezogen, bei denen die magnetische Flußänderung mindestens 90 % der theoretisch zu erwartenden betrug. Dies wurde meist erst bei

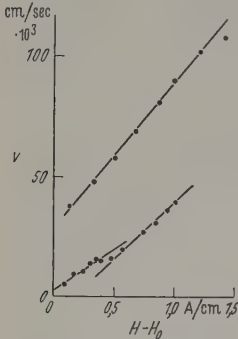


Abb. 2. Blochwandgeschwindigkeit v gegen die Überschußfeldstärke $H-H_0$ für die Werte der Tabelle 1 aufgetragen

Zugspannungen oberhalb 15 kp/mm² und bei Feldstärken $H \approx (H_k - H_0)/2$ erreicht, wobei H_k die Feldstärke ist, bei der die Ummagnetisierung ohne örtliches Zusatzfeld an verschiedenen Stellen des Drahtes beginnt. Für solche Bedingungen wird die Beziehung (1) bestätigt, in Tabelle 1 sind für drei Meßbreiten die charakteristischen Größen errechnet, in Abb. 2 sind die Geschwindigkeits-Feldstärkekurven eingezeichnet. Es ist festzustellen, daß die Geschwindigkeit mit der Feldstärke H

und der Zugspannung σ zunimmt, während H_0 bei wachsendem σ abnimmt und erst bei Erreichen der elastischen Grenze wieder ansteigt.

Die Länge der Blochwand ist bei festgehaltener Zugspannung für alle Messungen angenähert konstant

Tabelle 1. Drahtprobe 60% Ni-40% Fe, Drahtradius $r_0 = 5 \cdot 10^{-2}$ cm, in H_2 gegläht und 1,4% gereckt, Elastizitätsmodul $E = 11200$ kp/mm²

Nr.	$\frac{v}{\text{kp/mm}^2}$	H_0 A/cm	H_{krit} A/cm	H A/cm	$H-H_0$ A/cm	$\frac{v}{H-H_0}$ $\frac{\text{cm}^2/\text{As}}{\text{A} \times 10^{-3}}$	$\frac{v}{\text{cm/sec}} \times 10^{-3}$	l cm
1	28,7	1,3	1,741	1,378	0,078	64,0	5,0	6,0
2				1,468	0,168	49,8	8,36	5,96
3				1,56	0,26	44,0	11,45	5,44
4				1,65	0,35	44,2	15,45	5,95
5	43,1	0,99	2,07	1,08	0,09	147,0	2,94	3,97
6				1,15	0,16	57,9	6,36	5,4
7				1,192	0,202	44,6	9,0	4,26
8				1,285	0,295	40,7	12,0	4,45
9				1,375	0,385	40,6	15,65	4,82
10				1,466	0,476	36,3	17,25	4,68
11				1,56	0,57	34,4	19,6	4,7
12				1,74	0,75	34,2	25,74	4,72
13				1,83	0,84	35,7	30,0	4,8
14				1,925	0,935	37,6	35,2	4,42
15				2,02	1,03	38,2	39,2	4,51
16	57,5	1,69	3,264	1,83	0,14	268,0	37,5	4,13
17				2,02	0,33	143,6	47,4	4,27
18				2,2	0,51	111,0	56,3	4,87
19				2,38	0,69	102,0	69,2	4,64
20				2,57	0,88	91,0	80,0	4,8
21				2,75	1,06	85,0	90,0	4,58
22				2,94	1,25	80,0	100,0	4,5
23				3,12	1,43	74,8	107,0	4,71

(ausgenommen bei Feldstärken $H \approx H_0$), die Differenzen liegen innerhalb der Fehlergrenze. Mit steigender Zugspannung nimmt die Länge ein wenig ab, bei hohen Zugspannungen liegt die Änderung jedoch innerhalb der Fehlerbreite. Die Größe und Dauer des Zusatzfeldes hatten auf die Wandform keinen Einfluß. Aus den Spannungsimpulsen wurde die Wandform bei Unterstellung einer Rotationssymmetrie berechnet. Das Ergebnis ist, daß die Gestalt der Wand bis

auf kaum bemerkbare Buckel bei allen Messungen übereinstimmt. (Gleichartige Ergebnisse erhielten auch DIJKSTRA und SNOEK). Die Blochwand mündet an der Drahtoberfläche ganz flach ein und schließt sich zur Drahtachse hin als Schlauchfläche in spitzen Winkel. Die Gestalt läßt sich sehr gut als Rotationsfläche annähern, die von der Parabel

$$z = l \left(1 - \sqrt{1 - \frac{\rho}{r_0}} \right)$$

als Meridian bei Rotation um die z -Achse zwischen den Punkten $z=0$ und $z=l$ erzeugt wird. In Abb. 3 ist die Parabel und die errechnete Wandform eingezeichnet, das Maßverhältnis ist $\rho/z = 1000$.

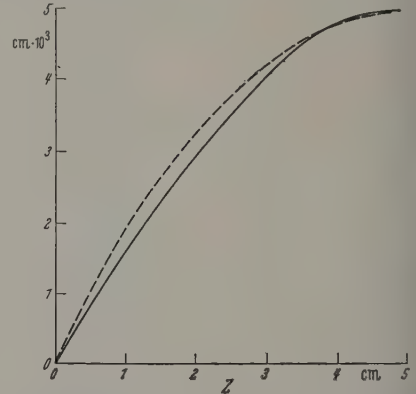


Abb. 3. Blochwandgestalt aus Meßergebnissen errechnet (ausgezogene Kurve) und durch Funktion approximiert (gestrichelte Kurve)

III. Die spannungstheoretische Untersuchung

1. Problemstellung

Für die mathematische Behandlung werden folgende vereinfachende Annahmen gemacht: die 180° Blochwand ist rotationssymmetrisch und trennt zwei Bereiche gleich großer, aber entgegengerichteter Magnetisierung (s. Abb. 4), die Magnetisierung innerhalb der Blochwand kann durch einen Mittelwert angegeben werden, dessen Richtung senkrecht zu der in den beiden Bereichen steht. Die Magnetostriktion sei isotrop, für die magnetostriktiven Verzerrungen sei nur der relative Magnetisierungsunterschied maßgebend. Der Draht unterliege einer konstanten äußeren Kraft, die in Achsenrichtung wirkt. Sie wird ebenso wie die Massenkraft nicht in Rechnung gestellt, da beide die Eigenspannungen zu überlagern sind. In dieser Aufgabenstellung liegt ein dreidimensionales Elastizitätsproblem vor, das kaum eine Aussicht auf eine exakte Lösung besitzt. Deshalb soll der dreidimensionale Verzerrungszustand durch einen ebenen Verzerrungszustand approximiert werden. Dazu denke man sich das Drahtstück, daß die Blochwand enthält, in endlich viele Scheiben geschnitten, wie in Abb. 4 angedeutet ist. Wählt man die Dicke der Scheiben klein genug und berechnet für jede Scheibe die Eigenspannungsenergiedichte des ebenen Verzerrungszustandes, so kann wegen der langsamen Änderung von ρ bei Änderung von z die Eigenspannungsenergiedichte der Scheibe errechnet als Funktion des inneren Blochwandradius ρ und der Wanddicke d , angenähert gleich der Eigenspannungsenergiedichte des räumlichen Diffusionsproblems am selben Orte. Die Eigenspannung

nergie des gesamten Blochwandbereiches ist dann nach näherungsweise gleich der Summe aus den Eigenspannungsenergien der Scheiben.

2. Das ebene Problem

Im vorliegenden Fall sind Eigenspannungen durch magnetostriktive Verzerrungen verursacht, denen kein Spannungstensor, der aus äußeren Spannungen herleitbar wäre, zugeordnet ist. Es läßt sich jedoch ein verträglicher Verzerrungstensor definieren. Zur Gewährleistung einer ebenen Verzerrung soll in der Richtung eine konstante Dehnung auftreten, die Magnetisierungsverteilung soll nur vom Radius abhängen, die auftretenden Spannungen sollen unabhängig von der z -Koordinate sein.

Mit der obigen Festlegung für die Eigenspannungen verschwinden die Schubspannungen σ_{xz} , σ_{yz} aus Symmetriegründen. Der Rand ist frei von äußeren Spannungen, die Randbedingungen lauten

$$\begin{aligned}\sigma_x \cos(n, x) + \sigma_{xy} \cos(n, y) &= 0, \\ \sigma_y \cos(n, y) + \sigma_{xy} \cos(n, x) &= 0\end{aligned}$$

und werden am undeformierten Zylinder erfüllt.

Für die Gleichgewichtsdivergenzen gilt

$$\sum_{i=1}^{i=2} \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_i} = 0 \quad j=1, 2$$

werden durch den Airyschen Ansatz

$$\sigma_{11} = \frac{\partial^2 F}{\partial x_2^2}; \quad \sigma_{22} = \frac{\partial^2 F}{\partial x_1^2}; \quad \sigma_{12} = -\frac{\partial^2 F}{\partial x_1 \partial x_2} \quad (3)$$

befriedigt.

Zur Definition eines verträglichen Verzerrungstensors, dessen Komponenten aus stetigen Verschiebungen ableitbar sind, werden die Komponenten der nicht Kirchhoffschen Formänderung den Spannungskurven überlagert:

$$e_{ij} = \bar{e}_{ij} + \varepsilon_{ij}.$$

Für die magnetostriktive Verzerrung gilt nach Voraussetzung Isotropie; es ist also

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon.$$

Für die \bar{e}_{ij} gelten die Hookeschen Beziehungen, so daß

$$e_{ij} = \frac{1}{2G} \left[2\sigma_{ij} + \left(2G\varepsilon - \sigma_{ij} - \frac{s}{m+1} \right) \delta_{ij} \right]$$

find. Hierin sind die σ_{ij} die Spannungskomponenten, s ist der Torsionsmodul, s die Hauptspannungssumme, das reziproke Poissonsche Querkontraktionsverhältnis und δ_{ij} das Kronecker-Symbol. Von den sechs Kompatibilitätsbedingungen bleibt wegen der Bedingung für die e_{ij} eine einzige erhalten:

$$\frac{\partial^2 e_x}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 e_y}{\partial x^2} - \frac{\partial^2 e_{xy}}{\partial x \partial y} = 0,$$

die in den Spannungen geschrieben

$$\frac{\partial^2 \sigma_x}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \sigma_y}{\partial x^2} - 2 \frac{\partial^2 \sigma_{xy}}{\partial x \partial y} + \frac{Em}{m-1} \Delta \varepsilon = 0$$

die partielle elliptische Differentialgleichung für die Eigenspannungskomponenten ergibt. E ist der Elastizitätsmodul. Mit dem Airyschen Ansatz der Gl. (3) entsteht daraus die inhomogene Bipotentialgleichung

für die Spannungsfunktion

$$\Delta \Delta F + \frac{Em}{m-1} \Delta \varepsilon = 0, \quad (4)$$

die mit $F = V - W$ zu dem simultanen Differentialgleichungssystem

$$\Delta \Delta V = 0, \quad (4a)$$

$$\Delta W = \frac{Em}{m-1} \varepsilon \quad (4b)$$

wird. Die relative Verteilung der Magnetostraktion erkennt man leicht am Querschnittsbild der Abb. 5. Im Kreisringgebiet $r_2 \leq r \leq r_1$ besitzt die Magnetostraktion λ den zum Mittelwert der Magnetisierung J

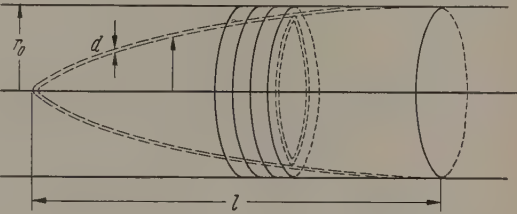


Abb. 4. Schematisches Bild der Blochwand im Draht und Zerlegung in Zylinderscheiben

gehörigen Wert, im Innen- und Außengebiet ist die Magnetostraktion Null. Schreibt man für $\varrho = r_1$ und für $\varrho + d = r_2$, so läßt sich die mathematische Darstellung dieser Verteilung bei Benutzung der Dirichletschen Integralrelation, die von H. SCHMIDT und M. HIEKE zur Lösung vieler Spannungsprobleme benutzt wird, in der Form angeben:

$$\varepsilon = \frac{(\varepsilon)_J}{2\pi i} \left[\int_{(\mathbb{C})} \frac{e^{\eta \ln \frac{r}{r_1}}}{\eta} d\eta - \int_{(\mathbb{C})} \frac{e^{\eta \ln \frac{r}{r_2}}}{\eta} d\eta \right]. \quad (5)$$

Hierbei ist $(\varepsilon)_J$ die zum Mittelwert J der Magnetisierung in der Wand gehörige magnetostriktive Deformation, der Integrationsweg ist in positiver Richtung parallel zur imaginären Achse zu wählen. Im Bereich $r < r_1$ sind beide Integrale Null. Für $r = r_1$ springt das erste Integral auf den Wert eins, das zweite ist Null. An der Stelle $r = r_2$ springt auch das zweite Integral auf den Wert eins, so daß für $r > r_2$ die Integraldifferenz wieder Null ist.

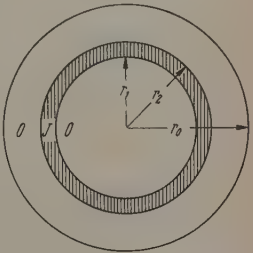


Abb. 5. Zylinderquerschnitt mit kreisringförmigem Wandgebiet

Die Lösung der inhomogenen Bipotentialgleichung läßt sich darstellen aus der Lösung der homogenen Bipotentialgleichung und einem Partikulärintegral der inhomogenen partiellen elliptischen Differentialgleichung, das die Randwerte für das homogene Problem liefert.

Unter Benutzung des Superpositionsprinzips wird vorerst die Poissonsche Differentialgleichung

$$\Delta w = e^{\eta \ln r}$$

untersucht. Ein Partikulärintegral ist

$$w(r, \eta) = r^2 \frac{e^{\eta \ln r}}{(\eta + 2)^2}. \quad (6)$$

Die Integration der Gl. (4b) liefert gemäß Gl. (5) aus Gl. (6) mit der Abkürzung $K = Em(\epsilon_J)m - 1$:

$$W_1(r) = 0 \quad \text{für } r \leq r_1,$$

$$W_2(r) = \frac{K}{4} \left(r^2 - r_1^2 - 2r_1^2 \ln \frac{r}{r_1} \right) \quad \text{für } r_1 \leq r \leq r_2,$$

$$W_3(r) = \frac{K}{4} \left(r_2^2 - r_1^2 + 2r_2^2 \ln \frac{r}{r_2} - 2r_1^2 \ln \frac{r}{r_1} \right) \quad \text{für } r \geq r_2.$$

Das homogene biharmonische Randwertproblem wird durch das Poissonsche Integral für den Kreis gelöst und liefert mit den Randwerten von (6):

$$V(r) = \frac{K}{4} \left(r_2^2 \frac{r_0^2 - r_1^2}{r_0^2} - 2r_1^2 \ln \frac{r_0}{r_1} + 2r_2^2 \ln \frac{r_0}{r_2} \right).$$

Die Airysche Spannungsfunktion F wird für den Innenbereich $F_1 = V - W_1$, für den Wandbereich $F_2 = V - W_2$ und für den Außenbereich $F_3 = V - W_3$. Die Hauptspannungen folgen hieraus durch Differentiation, die

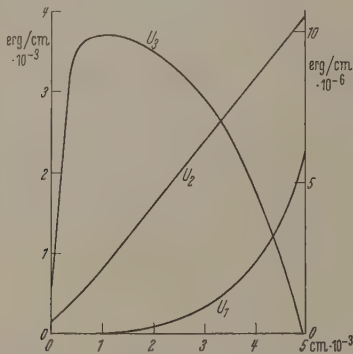


Abb. 6. Eigenspannungsenergie U_1, U_2, U_3 als Funktion des inneren Blochwandradius r

Eigenspannungsenergie pro Längeneinheit erhält man durch Integration über die Eigenspannungsenergie-dichte bei Beachtung der für die Bereiche gültigen Integrationsgrenzen:

$$U = \frac{(m+1)\pi}{mE} \int \left[\sigma_r^2 + \sigma_\varphi^2 + \sigma_z^2 - \frac{1}{m+1} (\sigma_r + \sigma_\varphi + \sigma_z)^2 \right] r \cdot dr.$$

Im vorliegenden Problem kann σ_z weggelassen werden, da die Verschiebung in z -Richtung als konstant anzusehen ist. Man erhält mit der Abkürzung

$$P = \frac{Em(m+1)\pi}{4(m-1)^2} (\epsilon_J)^2$$

für die einzelnen Bereiche:

$$U_1 = P \frac{m-1}{m+1} \frac{(2\varrho d + d^2)^2}{r_0^4} \varrho^2,$$

$$U_2 = P \left[\varrho^2 - \frac{\varrho^4}{(\varrho + d)^2} + \frac{m-1}{m+1} \frac{(r_0^2 - 2\varrho d - d^2)^2}{r_0^4} (2\varrho d + d^2) \right],$$

$$U_3 = P \left[\frac{m-1}{m+1} \frac{(2\varrho d + d^2)^2}{r_0^4} \{r_0^2 - (\varrho + d)^2\} - \frac{(2\varrho d + d^2)^2}{r_0^2} + \frac{(2\varrho d + d^2)^2}{(\varrho + d)^2} \right].$$

Zur numerischen Berechnung muß noch über die Blochwanddicke verfügt werden, alle anderen Größen sind Materialkonstanten, die teils gemessen, teils Tabellarisch entnommen wurden: Elastizitätsmodul $E = 11,2 \cdot 10^3$ kp/mm², $m = 3,3$, $(\epsilon_J) \approx 10^{-5}$, $r_0 = 5 \cdot 10^{-3}$ cm. Für die Blochwanddicke d , gemessen in Richtung des Radius, darf man annehmen, daß sie während der Bewegung größer ist als im statischen Zustand und daß d mit der Geschwindigkeit zunimmt, da der Wirbelstromeffekt und die Spinrelaxation in dieser Richtung wirken. Da die Wanddicke d auch nicht überall gleich groß sein wird, soll mit einem Mittelwert gerechnet werden. Nach der theoretischen Beziehung für die Wanddicke [13]

$$d = a \sqrt{\frac{A}{(3\lambda_s \sigma/2) + bK}}$$

(A Austauschenergie pro Volumeneinheit; K Anisotropiekonstante; $b \approx 1$ Zahlenfaktor, der die Kristallorientierung berücksichtigt; λ_s Sättigungsmagnetostruktionskonstante; σ äußere Zugspannung) erhält man für die erwähnte Legierung eine Wanddicke $d \approx 6 \cdot 10^{-6}$ cm. Aus oben angeführten Gründen wird ein größerer Wert $d = 10^{-5}$ cm eingesetzt. Die mittlere Wanddicke, in Bewegungsrichtung der Wand gemessen, ergibt sich dann zu $d_s = d \cdot l/r_0 \approx 10^{-2}$ cm. Nach dieser Festlegung sind in der Abb. 6 die Eigenspannungsenergien pro Längeneinheit über dem Radius aufgetragen.

Die totale Eigenspannungsenergie der ruhenden Blochwand findet man nun durch Summation über die Eigenspannungsenergien aller ebener Verzerrungszustände, die durch Schnitte (s. Abb. 4) erhalten wurden. Je enger diese gelegt werden, desto besser wird der aus dieser Weise erhaltene Wert mit dem des räumlichen Problems übereinstimmen.

3. Die Eigenspannungsenergie der bewegten Blochwand

Will man die totale Eigenspannungsenergie der bewegten Blochwand ermitteln, so muß folgendes gesagt werden: bei kleiner Geschwindigkeit v der Blochwand erscheint es nützlich, den Vorgang als ein zeitliches Nacheinander und räumliches Nebeneinander von Gleichgewichtszuständen des Eigenspannungsfeldes zu betrachten. Es wird immer wieder vor neuem auf- und abgebaut, die Energie wird in Form von elastischen Deformationswellen, die mit Schallgeschwindigkeit von der Blochwand weglaufen, abgegeben und geht für den Ummagnetisierungsprozeß durch Dämpfung verloren. Bei großen Wandgeschwindigkeiten ist die Auffassung des sukzessiven Aufbaus von Gleichgewichtszuständen nicht mehr vertretbar. Das Phänomen der Wandbewegung muß hier in folgender Weise verstanden werden: Die mit Schallgeschwindigkeit von der Wand weglaufenden und an der Probenoberfläche oder an den Probenenden reflektierten elastischen Wellen können sich konservieren und zu einem Teil zum stetigen Aufbau des elastischen Feldes beitragen. Dieser Mechanismus wird um so stärker wirksam werden, je größer die Wandgeschwindigkeit ist. Wenn die Wandgeschwindigkeit die Schallgeschwindigkeit erreicht, ist mit Sicherheit die halbe Eigenspannungsenergie der Wand als ihr Begleiter anzusehen, natürlich abzüglich der unvermeidlichen Dämpfungsverluste. Denn jetzt wer-

den diejenigen Schallwellen, die vorher in Bewegungsrichtung wegblieben, in der Wand verbleiben. Sobald die Wandgeschwindigkeit größer als die Schallgeschwindigkeit wird und weiter anwächst, wird der in der Wand verbleibende Teil immer geringer werden, schließlich keine der von der Wandfront ausgehenden Wellen den nachhängenden Beutel der Blochwand mehr erreichen kann. Von hier ab herrschen wieder ähnliche Verhältnisse wie bei kleinen Wandgeschwindigkeiten. Nach dem beschriebenen Mechanismus ist die Geschwindigkeitsanomalie zu erwarten, sobald die Wandgeschwindigkeit die Schallgeschwindigkeit erreicht.

Für die Berechnung der totalen Eigenspannungsenergie bei Verschiebung der Wand um 1 cm für kleine Wandgeschwindigkeiten, wie sie in den Experimenten meist vorkommen, muß also die Gesamtenergie des Eigenspannungsfeldes der ruhenden Blochwand mit dem Faktor $1/d_x$ multipliziert werden. Die so erhaltene Energie stellt allerdings eine obere Grenze dar, denn tatsächlich wird stets ein Teil der Energie des aufgebauten Feldes für den Neuaufbau zur Verfügung stehen. Im Bereich kleiner Geschwindigkeiten v wird der Anteil außerdem beinahe konstant sein und erst bei höheren Geschwindigkeiten, die den beschriebenen Mechanismus erlauben, anwachsen. In Abb. 7 sind für die bewegte Wand die Wirbelstromenergie pro Längeneinheit (s. Anhang) und die Summe der Eigenspannungsenergien pro Längeneinheit $U_1 + U_2 + U_3 = U_G$ aufgetragen. Der Vergleich zeigt für diesen Geschwindigkeitsbereich, daß in der Nähe der Drahtoberfläche die Eigenspannungsenergie überwiegt, und zwar um so mehr, je flacher die Blochwand in die Drahtoberfläche mündet. Dies ist sehr bedeutsam, da die experimentellen Messungen einer Wandfront ergaben, die sich eng an die Drahtoberfläche anschmiegt. Die Wirbelstromenergie ist an der Front sehr klein und sie verschwindet, wenn die Blochwand die Oberfläche erreicht. Bei Betrachtung dieser beiden Energieanteile ist also offensichtlich, daß die magnetostriktive Eigenspannungsenergie an der Wandfront die beherrschende Rolle spielt. Da dort die Wand vordringt, ist ein merkbarer Einfluß des Eigenspannungsfeldes auf den Ummagnetisierungsvorgang als gegeben anzusehen.

Tabelle 2. Totale Energieanteile für die Werte Nr. 5—15 der Tabelle 1 bei Weiterbewegung der Wand um 1 cm

v cm/sec $\times 10^{-3}$	U_M^T erg	$(U_M^T)_{H_0}$ erg	$(U_M^T)_{H-H_0}$ erg	U_W^T erg	U_G^T erg
2,94	0,239	0,219	0,0199	0,0088	0,013
6,36	0,254	0,219	0,0354	0,0189	0,013
9,0	0,264	0,219	0,0447	0,027	0,013
12,0	0,284	0,219	0,0652	0,036	0,013
15,6	0,304	0,219	0,085	0,0468	0,013
17,25	0,324	0,219	0,105	0,0516	0,013
19,6	0,345	0,219	0,126	0,0588	0,013
25,75	0,385	0,219	0,166	0,0772	0,013
30,0	0,405	0,219	0,186	0,09	0,013
35,2	0,425	0,219	0,207	0,105	0,013
39,2	0,447	0,219	0,228	0,118	0,013

In Tabelle 2 sind die totale Eigenspannungsenergie und die Wirbelstromenergie für einige Geschwindigkeitswerte nach Tabelle 1 der freiwerdenden magnetischen Energie gegenübergestellt. Es zeigt sich, daß sie in einem weiten Geschwindigkeitsbereich in der gleichen Größenordnung liegen, und daß für kleine Wand-

geschwindigkeiten die Eigenspannungsenergie immer mehr überwiegt. Im statischen Zustand verschwindet die Wirbelstromenergie.

IV. Diskussion

Die Einführung der magnetostriktiven Eigenspannungsenergie erlaubt für gewisse Fälle eine Erörterung des Ummagnetisierungsvorganges nach neuen Gesichtspunkten. Als erstes kann festgestellt werden, daß die Eigenspannungsenergie dem Grenzwert der magnetischen Energie $(U_M^T)_{H_0}$ entstammt, da die magnetische Überschußenergie $(U_M^T)_{H-H_0}$ für sehr kleine Wandgeschwindigkeiten, also für kleine Werte der

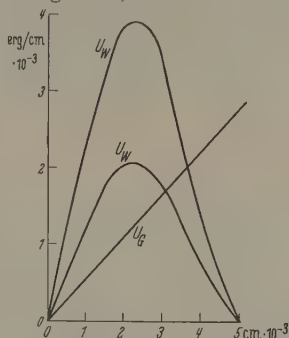


Abb. 7. Gesamte Eigenspannungsenergie pro Längeneinheit für die bewegte Blochwand und Wirbelstromenergie pro Längeneinheit, aufgetragen als Funktion des inneren Blochwandradius

Überschußenergie, noch nicht zur Deckung der Wirbelstromenergie und der Eigenspannungsenergie ausreicht. Nach der vorgeschlagenen Dynamik des Eigenspannungsfeldes wird der Energieanteil, der ihm ständig zugeführt werden muß, mit der Wandgeschwindigkeit kleiner und bei Erreichen der Schallgeschwindigkeit in der Probe begleitet die Hälfte der Eigenspannungsenergie die Blochwand. Dies bedeutet aber eine Erniedrigung der Grenzünergie $(U_M^T)_{H_0}$. Um den Differenzbetrag wächst die Überschußenergie $(U_M^T)_{H-H_0}$ bei festem H an und kann beispielsweise dem Wirbelstromenergiebedarf zusätzlich zur Verfügung stehen. Damit wird der Blochwand aber eine höhere Geschwindigkeit erlaubt, was ein Abweichen von der linearen Beziehung nach Gl. (1) bedeutet. Die Grenzfeldstärke H_0 ist nach dieser Vorstellung keine Konstante mehr, sondern eine Funktion der Blochwandgeschwindigkeit. Sie nimmt mit der Geschwindigkeit ab, nur bei kleinen Geschwindigkeiten ist sie als annähernd konstant anzusehen. Wenn die Wandgeschwindigkeit die Schallgeschwindigkeit erreicht, sinkt H_0 stark ab, da jetzt in Bewegungsrichtung keine Deformationswellen abgestrahlt werden, die nach gehöriger Dämpfung ihre Energie dem Eigenspannungsfeld liefern können, sondern die magnetostriktive Deformationsenergie wird jetzt beinahe ungedämpft für den weiteren Aufbau des Eigenspannungsfeldes zur Verfügung stehen. Sobald die Wandgeschwindigkeit so groß geworden ist, daß ein Teil der Deformationswellen hinter der Wand zurückbleibt, wird H_0 wieder ein wenig anwachsen, bis es plötzlich einen konstanten Wert erreicht hat, wenn alle Deformationswellen entgegen der Wandbewegungsrichtung die Wand verlassen.

Die experimentelle Prüfung dieses Sachverhaltes konnte in Ermangelung geeigneten Probenmaterials,

das so hohe Wandgeschwindigkeiten zuläßt, nicht durchgeführt werden. Zur Erzielung eines großen magnetostriktiven Eigenspannungsfeldes ist es notwendig, ein Material mit großer Magnetostruktionskonstanten, großem Elastizitätsmodul und kleinem Wirbelstromeffekt zu verwenden. Bisher sind nur von R. W. DEBLOIS [10] Messungen bekannt, die den Geschwindigkeitsbereich bis über die Schallgeschwindigkeit hinaus erfassen. Er führte seine Experimente an Eiseneinkristallnadeln bei verschiedenen Temperaturen durch. Einige seiner Kurven sind in Abb. 8 wiedergegeben.

Zieht man die Kurven, die bei Zimmertemperatur aufgenommen wurden, zur Prüfung der entwickelten Vorstellungen heran, so dürfen sie als Bestätigung angesehen werden. Die Tatsache, daß beim $3,2 \mu$ Whisker

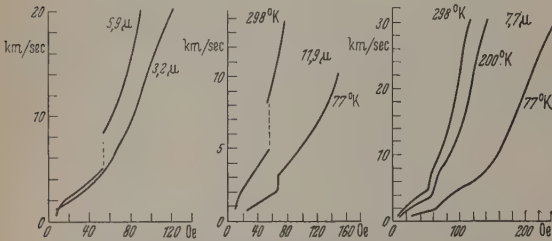


Abb. 8. Geschwindigkeits-Feldstärkeverlauf, gemessen von R. W. DEBLOIS an Eiseneinkristallnadeln

keine Geschwindigkeitsanomalie auftritt, kann man dadurch erklären, daß der Wirbelstromeffekt bei ihm wegen des geringen Querschnitts schon so gering ist, daß die Krümmung der Blochwand klein und somit auch der magnetostriktive Eigenspannungseffekt klein ist. Auch wird bei schwachem Wirbelstromeffekt die Erhöhung der Überschußenergie nur zu einer geringen Geschwindigkeitsänderung führen. Die Geschwindigkeitsanomalie bei tiefen Temperaturen, die im Bereich der Geschwindigkeit transversaler elastischer Wellen einsetzt, legt die Annahme nahe, daß man neben den longitudinalen auch die transversalen Deformationswellen betrachten muß, und daß das Vorherrschen der einen oder anderen Art von der Temperatur abhängt. Die verschieden große Dämpfung reicht zur Erklärung jedoch nicht aus. Der von DEBLOIS abgeschätzte Relaxationsdämpfungskoeffizient $\beta_r \approx 10 \text{ g/sec cm}^2$ könnte zum Teil dem magnetostriktiven Eigenspannungseffekt zugeordnet werden, dessen Größe bei Kenntnis der Materialeigenschaften errechnet werden kann.

V. Anhang

Die Energiedichte des Wirbelstromes ist bei totaler magnetischer Flußumkehr in einem Material mit der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit g gegeben durch

$$\overline{U}_w = \int_{t_1}^{t_2} E^2 \cdot g \cdot dt.$$

Die elektrische Feldstärke E ist dabei

$$E = - \frac{1}{2\pi r} \frac{d\Phi}{dt} = - 2 \cdot 4\pi J_s \cdot \frac{\varrho}{r} \cdot \frac{d\varrho}{dt}.$$

Die Wirbelstromenergie pro Länge ergibt sich aus der Wirbelstromenergiedichte durch Integration über die Querschnittsfläche zu

$$U_w = 2 \int_{t_1}^{t_2} \int_{\varrho}^{\varrho_0} E^2 \cdot g \cdot dr \cdot dt,$$

$$U_w = 32\pi (4\pi J_s)^2 \cdot g \cdot v \cdot \frac{\varrho_0}{l^2} \varrho^2 (r_0 - \varrho) \ln \frac{r_0}{\varrho}.$$

Die totale Wirbelstromenergie U_w^T erhält man daraus durch Integration über das Wegelement, das man vorliegenden Falle durch das Längenelement ersetzt kann. Der Fehler ist kleiner als $0,01 \cdot r_0^6$. Man erhält

$$U_w^T = 8\pi (4\pi J_s)^2 \cdot g \cdot 0,146 r_0^4 \cdot v.$$

Wird ein Drahtstück der Länge 1 cm ummagnetisiert, so wird die magnetische Energie

$$U_m = 2 \cdot 4\pi J_s \cdot H \cdot r_0^2 \pi$$

frei. Dies ist auch die totale magnetische Energie Verschiebung der Wand um 1 cm.

Zusammenfassung

Die Blochwand erzeugt über die Magnetostriktivität einen Eigenspannungszustand, dessen Energie für eine ruhende Blochwand errechnet und geeignet auf eine bewegte Blochwand übertragen wird. Dies geschieht mittels einer Modellvorstellung für die Dynamik des Eigenspannungsfeldes, die bei großen Blochwandgeschwindigkeiten ein Abweichen von der Geschwindigkeits-Feldstärke-Beziehung nach K. SIXTUS u. L. TONKS fordert und bei Erreichen der Schallgeschwindigkeit eine Geschwindigkeitsanomalie voraussetzt. Die Verteilung der Eigenspannungsenergie wird auf Grund experimenteller Bestimmung der Blochwandform erörtert. Der Vergleich mit der Wirbelstromenergie zeigt ihre beachtliche Größenordnung und ihren Einfluß auf den Bewegungsvorgang der Blochwand wird hervorgehoben. Die theoretischen Überlegungen werden auf Messungen an Eiseneinkristallnadeln (Whiskers) von R. W. DEBLOIS angewendet und können die beobachteten Unstetigkeiten in den Geschwindigkeits-Feldstärkekurven erklären.

Die experimentellen Untersuchungen wurden am Physikalischen Institut der Hochschule für Verkehrswesen in Dresden ausgeführt. Die Eisen-Nickel-Proben stellten freundlicherweise die Vakuumschmelze Harz zur Verfügung.

Literatur: [1] PREISACH, F.: Ann. Phys. 3, 737 (1929). [2] SIXTUS, K. J., and L. TONKS: Phys. Rev. 37, 930 (1932); 39, 357 (1932); 42, 419 (1932); 48, 70, 931 (1933); 48, 1035 (1935). — [3] DIJKSTRA, J. L., and I. L. SNOEK: Philips Rep. 4, 434 (1949). — [4] WILLIAMS, H. J., and W. SHOOLEY: Phys. Rev. 75, 178 (1949). — [5] WILLIAMS, H. J., W. SHOOLEY and C. KITTEL: Phys. Rev. 80, 1090 (1950). — [6] GALT, J. K.: Phys. Rev. 85, 664 (1952). — Bell Syst. Tech. J. 1023 (1954). — [7] GALT, J. K., J. ANDRAS and H. G. HOFFE: Rev. Mod. Phys. 25, 93 (1953). — [8] RODBELL, D. S., and C. P. BEAN: J. Appl. Phys. 26, 1318 (1955). — [9] NEWHOUT, V. L.: Proc. Inst. Radio Engrs. 47, 1484 (1957). — [10] DEBLOIS, R. W.: J. Appl. Phys. 29, 459 (1958). — [11] BAKER, J. J.: J. Appl. Phys. 30, 387 (1959). — [12] HAGEDORN, F. B.: J. Appl. Phys. 30, 254 (1959). — [13] KERSTEN, Probleme der Technischen Magnetisierungskurve, Ber. Springer 1938. — [14] SCHMIDT, H.: Z. angew. Math. Mech. 9, 491 (1929); 12, 142 (1932). — Z. Physik 59, 117 (1932); 60, 269, 702 (1933); 62, 696 (1932); 64, 411 (1934). — Arch. 1, 147 (1930); 2, 449 (1931). — [15] HIEKE, M.: angew. Math. Mech. 34, 121 (1954); 35, 54 (1955); 38, 1 (1958).

Dr. MAX HIEKE, Dr. ERHARD MAX und Dr. HORST-GUIDO MÜLLER
Institut für Theoretische Physik
der Universität Halle-Wittenberg,
Physikalisches Institut der Hochschule
für Verkehrswesen, Dresden

Feinstruktur der Weißschen Bezirke auf $\{110\}$ -Flächen von FeSi-Einkristallen in Abhängigkeit von der magnetischen Feldstärke und Feldrichtung

VON RUDOLF KOHLHAAS und GÜNTHER BALLENSIEFEN

Mit 8 Textabbildungen

(Eingegangen am 10. November 1960)

Nach der Methode der Bitterschen Streifen wurde an Eisen-Einkristallscheiben mit 3,5% Silizium die Feinstruktur der Weißschen Bezirke untersucht. Alle Einkristallscheiben mit einem Durchmesser von 2,5 cm und einer Dicke von etwa 0,2 mm besaßen eine $\{001\} - \langle 100 \rangle$ -Orientierung (Goßlage). Die in der Oberfläche liegende Würfelkante sei als $[001]$ -Richtung bezeichnet. Das Ziel unserer Untersuchungen ist, einen Zusammenhang zwischen den verschiedenartigen und mannigfaltigen Bezirksmustern aufzusuchen, wie sie bisher auf $\{110\}$ -Flächen von FeSi-Einkristallproben beobachtet und aus Arbeiten von L. F. ETTES u. Mitarb. [1], [2], von V. S. PAXTON und T. G. NILAN [3] bekannt geworden sind. Unsere besondere Aufmerksamkeit gilt dabei den folgenden Fragen:

1. Läßt sich ein für $\{110\}$ -Flächen typisches Verhalten der Bezirksstrukturen auf FeSi-Einkristallproben beim Magnetisieren angeben oder nicht?

2. Ist eine Deutung der auftretenden Feinstrukturen dieser Muster möglich?

3. Lassen sich die aus der Literatur als „tadpoles“ („Kaulquappen“) bekannten Muster physikalisch sinnvoll interpretieren?

Die Vorbereitung der Proben zur Aufnahme der Bezirksmuster geschah nach dem bekannten von H. J. WILLIAMS, R. M. BOZORTH und V. SHOCKLEY [4] angegebenen Verfahren. Zuvor waren alle Proben in einem Vakuumofen spannungsfrei gegläht und ihre Orientierung röntgenographisch bestimmt worden. Die hier aus vielen Aufnahmen ausgewählten Beispiele sollen das typische Verhalten der Bezirksstrukturen auf $\{110\}$ -Flächen zeigen. Eine ausführliche Bildwiedergabe findet man in der Diplomarbeit von G. BALLENSIEFEN [5].

I. Die experimentellen Beobachtungen

Die Änderung der Bezirksstrukturen beim Magnetisieren unter jeweils verschiedenen Winkeln ε zwischen der $[001]$ -Richtung und dem angelegten Magnetfeld H zeigt die Abb. 1 und 2. In Abb. 1 wird eine Probe mit idealer Goß-Lage aus dem entmagnetisierten Zustand einmal unter $\varepsilon = 90^\circ$ (Abb. 1a–c) und dann

unter $\varepsilon = 110^\circ$ (Abb. 1d–g) aufmagnetisiert. Abb. 2 zeigt die beobachteten Bezirksstrukturen beim Magnetisieren unter $\varepsilon = 58^\circ$ an einer nichtideal orientierten

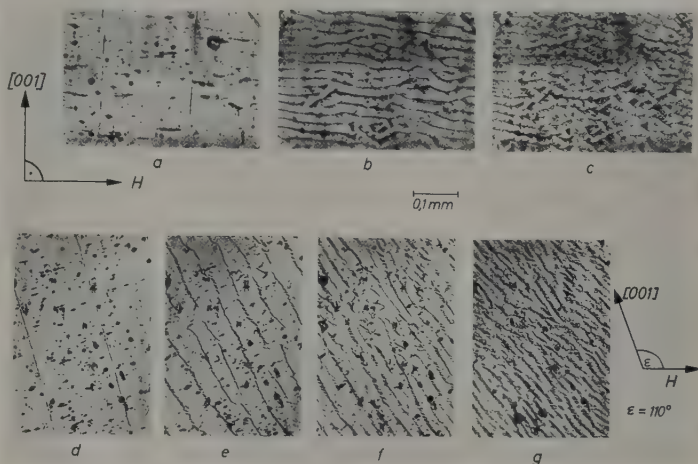


Abb. 1a–g. Magnetisierung unter $\varepsilon = 90^\circ$ und $\varepsilon = 110^\circ$ bei idealer Goß-Lage

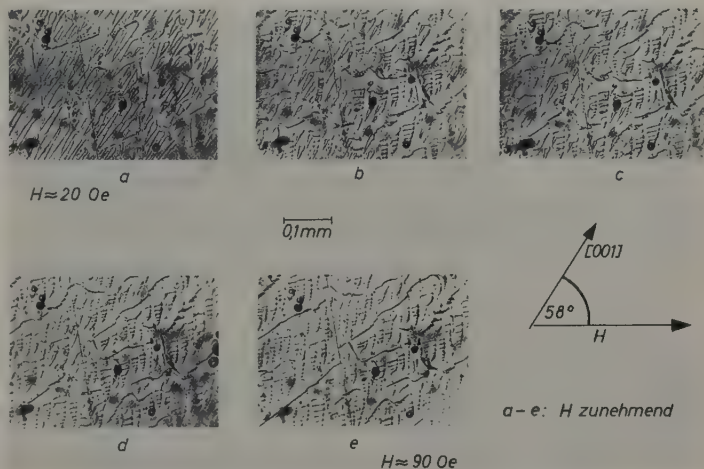


Abb. 2a–e. Magnetisierung unter $\varepsilon = 58^\circ$ bei nichtidealer Goß-Lage

Probe. Die $[001]$ -Richtung dieses Einkristalls bildet mit der Probenoberfläche einen Winkel von etwa 4° , so daß Bezirke, welche in der $[001]$ - oder $[00\bar{1}]$ -Richtung magnetisiert sind, eine Normalkomponente zur Oberfläche besitzen. Zur Verringerung der dadurch bedingten magnetostatischen Energie dienen kleine lanzenförmige Bezirke, in denen die Magnetisierung antiparallel zur Umgebung verläuft. Nach YA. SHUR und V. R. ABELS [6] werden im folgenden diese Lanzen-Muster als Supplementbezirke bezeichnet. Abschlußbezirke sind dagegen nur solche Bezirke, die den

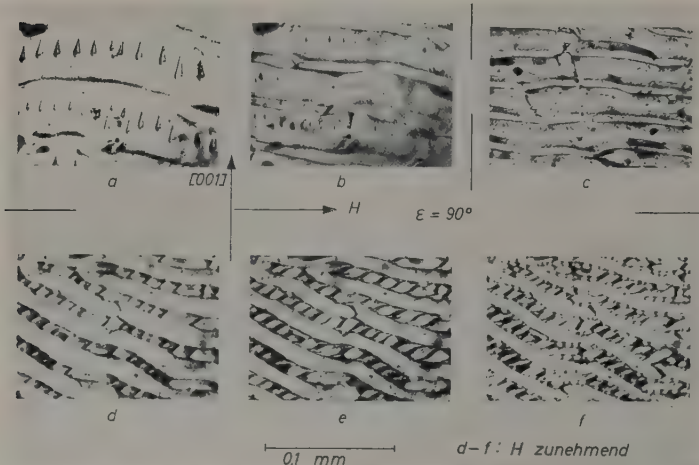
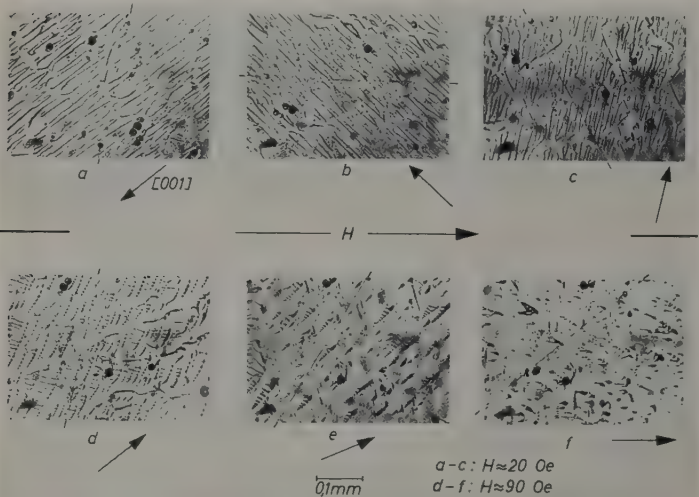
Abb. 3a—f. Schlauchbildungsprozeß bei nichtidealer Goß-Lage und $\varepsilon = 90^\circ$ 

Abb. 4a—f. Bezirksstrukturen beim Drehen der Probe im konstanten Magnetfeld

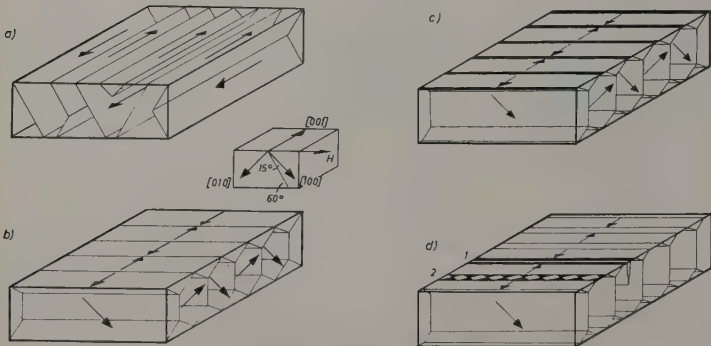


Abb. 5a—d. Zur Deutung des Schlauchbildungs-Prozesses

gesamten Fluß eines inneren Bereichs zur Oberfläche hin umlenken. Je nach der Orientierung einer Probe können auf Abschlußbezirken noch Supplementbezirke angeordnet sein.

Zustandekommen von Schläuchen zu beobachten. In Abb. 2b und c erkennt man, wie sich aus den Lanzen-Mustern neue Strukturen entwickeln. Diese werden in der Literatur allgemein als „Kaulquappen-

Das in Abb. 1 gezeigte Verhalten der Bezirksstrukturen ist bei Magnetisieren unter den verschiedensten Winkeln ε beobachtet worden und kann als typisch für {110} Flächen bezeichnet werden. Danach ändern sich die im entmagnetisierten Zustand erscheinenden Muster bei Anlegen eines Magnetfeldes immer in der Art, daß bei Erreichen einer gewissen Feldstärke die Proben von nahezu parallel laufenden Streifen überzogen ist. (Abb. 1b u. c.) Sowohl die Richtung, in der die Streifen verlaufen, als auch die Feldstärke, bei der sie erstmals die ganze Probe überziehen, hängen vom Winkel ε ab. Mit größer werdender Feldstärke spalten die Streifen auf, und es erscheinen schlauchartige Gebilde, die eine innere Feinstruktur aufweisen. Dies ist anfangs noch recht einfach, wird aber mit zunehmendem Feld wesentlich komplizierter. (Vgl. Abb. 1e—g.) Dieser Vorgang wird im folgenden als Prozeß der „Schlauchbildung“ bezeichnet. Der Prozeß der Schlauchbildung und die Ausbildung der Feinstruktur bei einer Probe mit nichtidealer Goß-Lage und einer Magnetisierung unter $\varepsilon = 90^\circ$ zeigt die Abb. 3. Er ist unter allen möglichen Winkeln ε zwischen Magnetfeld H und [001]-Richtung zu beobachten, solange dieser Winkel nicht zu klein wird. Beobachtet man die bei Durchlaufen einer ganzen Hystereseschleife auftretenden Bezirksmuster, so zeigt sich, daß die beim Aufmagnetisieren erscheinende Schlauchbildung auf dem absteigenden Ast rückwärts durchlaufen wird. Die Bezirksstrukturen sind also in ihrer Art reproduzierbar.

In Abb. 4 sind einige Aufnahmen der bei Drehung der Probe im Feld beobachteten Bezirksstrukturen wiedergegeben. In Abb. 4a—c betrug das Magnetfeld etwa 20 Oe und in 4d—f etwa 90 Oe. Die Messung der Feldstärke erfolgte mit einer 1×2 mm großen Hallsonde, die zur Bestimmung der Tangentialkomponente von H geeignet konstruiert war. Die Änderung der Bezirksstrukturen beim Übergang von $H = 20$ Oe auf $H = 90$ Oe ist in Abb. 2a—e wiedergegeben. Auch hier ist wieder das

Muster“ bezeichnet. Einzelne Kaulquappen for-
mieren sich stets zu spießartigen Gebilden. Nur
diese im folgenden „Kaulquappen-Spieße“ genann-
ten Strukturen ändern sich bei Felderhöhung und
normalerweise einzelne Kaulquappen allein. Es wurde
wiederholt beobachtet und auch im Film festgehalten,
daß Kaulquappen aus den Lanzenmustern entstehen.

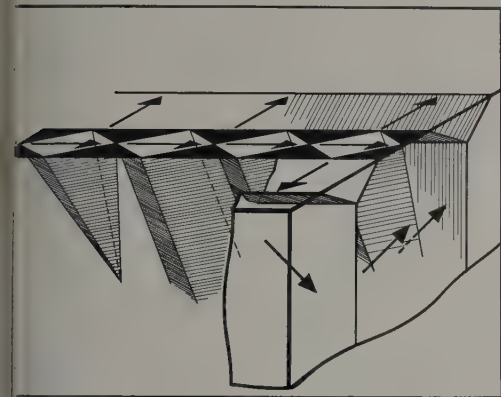


Abb. 6. Zur Deutung der beobachteten Feinstruktur

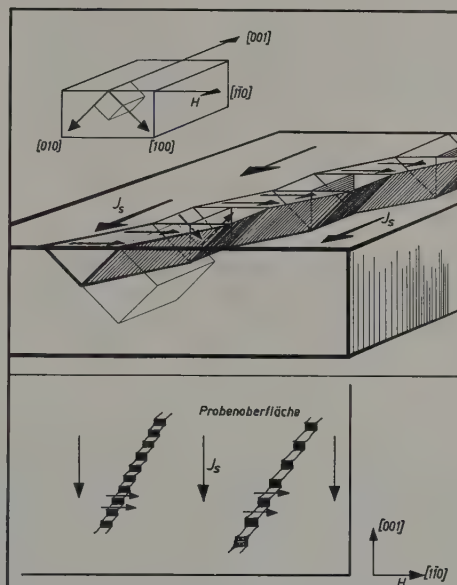
Es war sogar möglich, durch periodisches Ändern der
Feldstärke um kleine Beträge, reversibel Lanzen in
Kaulquappen- und Kaulquappen in Lanzen zu ver-
wandeln.

II. Eine mögliche Deutung des Schlauchbildungs-Prozesses

Es soll im folgenden versucht werden, aus den be-
obachteten Mustern auf die Anordnung und die Ver-
änderung der Weißchen Bezirke
im Innern der Probe zu schließen.
Ein Beispiel wird eine Magnetisie-
rung senkrecht zur $[001]$ -Richtung
auf eine Probe mit idealer Goß-
Lage angenommen. In Abb. 5 ent-
spricht a) dem entmagnetisierten
Zustand. Die Schräglage der 180° -
Wände entspricht nach L. ŠPAČEK
[7] und C.D. GRAHAM [8] einem
Minimum an totaler Wandenergie
 $\gamma_{\text{wand}} = \gamma \cdot F$. Nach Erreichen einer
bestimmten Feldstärke in der $[1\bar{1}0]$ -
Richtung kann man sich die Um-
ordnung der Bezirke wie in Abb. 5b
gezeichnet vorstellen. An der Ober-
fläche sind jetzt parallel zum Feld
verlaufende Streifen zu beobachten.
Zwischen diesen Streifen unter
der Oberfläche liegenden Bezirke
sind reine Abschlußbezirke, auf
denen bei Abweichung von der
idealen Goß-Lage Lanzen-Muster
angeordnet wären, wie sie etwa in
Abb. 3a zu sehen sind. Abb. 5c

und d lassen erkennen, wie man sich die Entstehung
von Schläuchen und ihrer Feinstruktur denken kann.
Die Deutlichkeit halber ist ein Teil des Musters „2“
in Abb. 6 vergrößert dargestellt. Zwischen den kleiner
werdenden Abschlußbezirken entstehen Supplement-

bezirke, deren Magnetisierung in der Feldrichtung liegt
und die als Spieße in die Probe dringen. Bei zuneh-
mendem Feld wachsen diese, auf der Oberfläche qua-
dratförmig erscheinenden Bereiche. Abb. 3c und f.

Abb. 7. Die mögliche Anordnung eines Schlauches und das Zustan-
kommen seiner Richtungsänderung

sind Beispiele für die Mustertypen „1“ und „2“ der
Abb. 5d. Die gemachten Beobachtungen und ihre
Deutung lassen den Schluß zu, daß ein Eindrehen der
Magnetisierung in die Feldrichtung zum Erreichen der

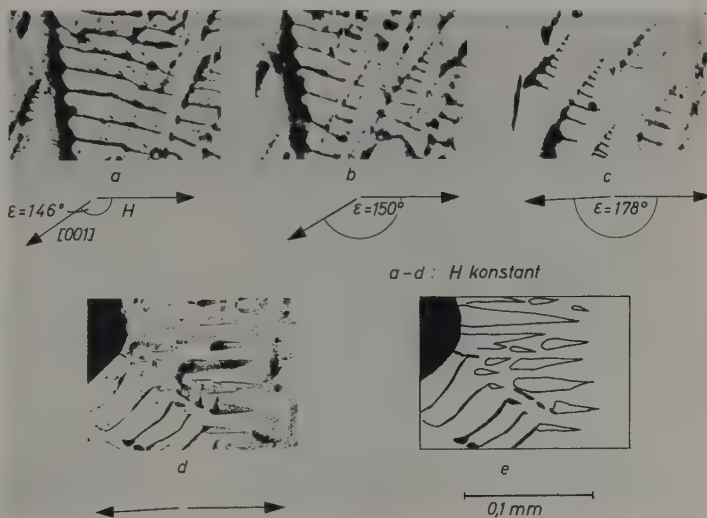


Abb. 8a—e. Beispiele für Kaulquappen-Muster

Sättigung ähnlich wie bei der Ummagnetisierung auch
von keimartigen Gebilden ausgehen kann.

In Abb. 7 wird versucht zu zeigen, wie man sich die
Richtungsänderung eines Schlauches bei zunehmendem
Feld vorzustellen hat. Bei der im oberen Bildteil

angenommenen Struktur ändert sich die Richtung des Schlauches, wenn die in Feldrichtung magnetisierten Bereiche wachsen. Im unteren Teil der Abb. 7 sind zwei mögliche Lagen gezeichnet. Bei genügend hoher Feldstärke können in den Bezirken mit einer Normal-komponente wieder die zuvor erwähnten spießförmigen Supplementbezirke entstehen.

Ausführlichere theoretische Überlegungen sind der Arbeit von G. BALLENSIEFEN [5] zu entnehmen.

In der Abb. 8 sind einige Aufnahmen gezeigt, die zur Klärung der Natur der Kaulquappen-Muster geeignet sind. Abb. 8a—c zeigen die Umwandlung eines großen Kaulquappen-Spießes in mehrere kleine, deren Spitze zum ursprünglichen nahezu entgegen-gerichtet ist. Der Vergleich von 8a mit 8b läßt erkennen, wie schon bei sehr geringer Winkeländerung (4°) eine starke Änderung des Musters erfolgt. In Abb. 8d sind Lanzen- und Kaulquappen-Muster an einer Fehlstelle im Einkristall zu beobachten. Durch beide Mustertypen wird das entstehende Streufeld weitgehend abgebaut. Alle von uns gemachten Beobachtungen (Entstehung der Kaulquappen-Spieße aus Lanzen-Muster, Kaulquappen-Spieße zum Abbau des Streufeldes an Störstellen) lassen den Schluß zu, daß es sich bei den Kaulquappen-Spießen um Supplementbezirke handelt, die physikalisch dieselbe Aufgabe erfüllen wie die Lanzen-Muster.

Zusammenfassung

Die an Eisen-Einkristallen mit 3,5% Silizium und einer $\{110\}$ — $\langle 100 \rangle$ -Orientierung unter der Wirkung eines in Stärke und Richtung veränderlichen Magnetfeldes beobachteten Bezirksstrukturen führen zu folgenden Ergebnissen:

1. Beim Magnetisieren unter den verschiedensten Winkeln $\varepsilon \neq 0$ zwischen $[001]$ -Richtung und H be-

obachtet man immer einen als „Schlauchbildung“ bezeichneten Prozeß.

2. Die versuchte Erklärung der in den Schläuchen vorhandenen Feinstruktur zeigt, daß bereits vor der Sättigung Bereiche vorhanden sind, die in Feldrichtung magnetisiert sind. Diese können als Keime für Dreiprozesse angesehen werden.

3. Die aus der Literatur als „Kaulquappen“ bekannten Muster erfüllen nach den gemachten Beobachtungen dieselbe physikalische Aufgabe wie die Lanzen-Muster, d.h. es handelt sich um sog. Supplementbezirke, die nur zur Verringerung der magnetischen statischen Energie dienen.

Durch Drehen im konstanten Magnetfeld ist es möglich, sämtliche bisher auf $\{110\}$ -Flächen beobachteten Muster zu erhalten.

Herrn Professor Dr. H. LANGE danken wir für zahlreiche Anregungen und für die Förderung unserer Arbeit. Die zur Messung benutzte Hall-Sonde wurde von Herrn Dipl.-Phys. S. MÜLLER hergestellt und uns freundlicherweise zur Verfügung gestellt. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für ihre finanzielle Unterstützung.

Literatur: [1] BATES, L.F., and C.D. MEE: Proc. Phys. Soc. Lond. A **65**, 129 (1952). — [2] BATES, L.F., and A. HARRIS: Proc. Phys. Soc. Lond. A **66**, 813 (1953). — [3] PAXTON, W.S., and T.G. NILAN: J. Appl. Phys. **26**, 994 (1955). — [4] WILLIAMS, H.J., R.M. BOZORTH and W. SHOCKLEY: Phys. Rev. **75**, 155 (1949). — [5] BALLENSIEFEN, G.: Diplomarbeit Universität Köln 1960. — [6] SHUR, YA., and V.R. ABELS: Phys. Metals and Metallogr. **6**, 167 (1958). — [7] ŠPAČEK, L.: Acta Phys. (7), **5**, 217 (1960). — [8] GRAHAM, C.D.: Conf. Magnetic and Magnetic Materials, 1956, S. 410.

Dr. RUDOLF KOHLHAAS, und Dipl.-Phys. G. BALLENSIEFEN
Institut für Theoretische Physik der Universität Köln,
Abteilung für Metallphysik

Umgestaltung von Bereichsstrukturen durch Spannungen

Von CHRISTA GREINER

Mit 7 Textabbildungen

(Eingegangen am 18. Oktober 1960)

An geglühten Drähten (50% Ni, 50% Fe) gelingt es nicht, die durch die Kristallanisotropie K bedingten Bezirke mit der Bitterstreifentechnik sichtbar zu machen. Für Zug-, Druck- und Torsionsspannungen in der Größenordnung von 10 kp/mm^2 findet man Bezirke, die den durch diese Spannungen erzeugten Anisotropien entsprechen. Bei kleineren Spannungen beobachtet man komplizierte Muster, die man durch Annahme von Polen auf den Bloch-Wänden im Materialinneren verstehen kann [1]. Da diese Strukturen energetisch ungünstig erscheinen, soll hier untersucht werden, wieso es zu ihrer Ausbildung kommt.

Ausgangsmodell

Da man vermuten kann, daß in diesen Mustern der Einfluß von K verborgen ist, wird eine einfache durch K bedingte Bereichsstruktur unter der Wirkung von Zug und Druck untersucht (Abb. 1a). Die

Probenoberfläche ist eine (001) -Ebene. Die Magnetisierung J_s liegt parallel zu $[100]$. Die Wände der Dicke d_0 verlaufen im Abstand D parallel zu J_s und senkrecht zur Probenoberfläche. Die Energiedichte dieser Anordnung beträgt E_0 . Im folgenden werde die Wanddicken und Energiedichten stets auf E_0 und d_0 bezogen.

Überlagerung einer Zugspannung

σ_z liegt in (001) und bildet mit $[100]$ den Winkel Θ (Abb. 1b) ($0 < \Theta < 45^\circ$, so daß Wandverschiebungsprozesse auf Grund von Keimbildung ausgeschlossen sind). Θ ist der Winkel von J_s mit $[100]$. Die Wanddicke d und der Winkel Θ stellen sich in Abhängigkeit von σ_z so ein, daß die gesamte Energiedichte E_A dieser Anordnung ein Minimum wird. Auf Grund des Experimentes wird angenommen, daß die Wände zunächst starr in der Ausgangslage bleiben. (D wird

Experiment entnommen.) Die Rechnung wird durch zusätzliche plausiblen Annahmen mit einfachen Mitteln durchgeführt¹. Abb. 2 zeigt für $\Theta_0 = 45^\circ$ θ , d , E_A in Abhängigkeit von σ_z . Durch die vorhandenen Wände dreht sich J_s nur schwer aus [100] aus. Um J_s um 1° aus [100] herauszudrehen, wäre

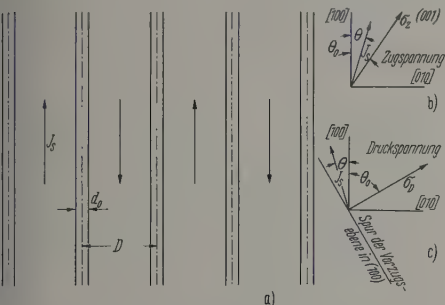


Abb. 1. a Ausgangsmodell; b Überlagerung einer Zugspannung; c Überlagerung einer Druckspannung

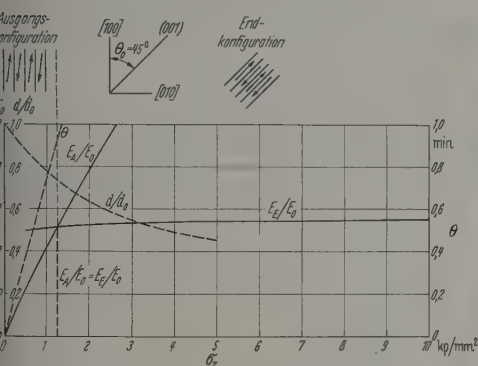


Abb. 2. Reduzierte Energiedichten, Richtung der Magnetisierung und reduzierte Wanddicke als Funktion der Zugspannung σ_z , die den Winkel $\Theta_0 = 45^\circ$ mit der [100]-Richtung bildet

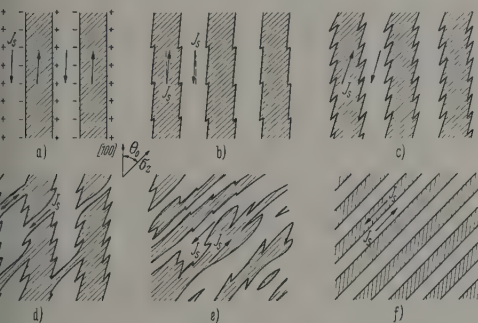


Abb. 3 a—f. Schematische Darstellung des Umgruppierungsprozesses durch Zug

Spannung von 90 kp/mm^2 erforderlich. Andererseits zeigt das Experiment, daß bei $\sigma_z \sim 10 \text{ kp/mm}^2$ bereits die Wände und auch die Magnetisierung parallel zur Zugspannung liegen, entsprechend der typischen Magnetostriktion dieser Legierung (s. Skizze der Endkonfiguration in Abb. 2). Für $\sigma_z > 1,2 \text{ kp/mm}^2$ ist für die Energiedichte E_E dieses Modells $E_E < E_A$. Der Übergang von dem einen zum anderen Modell

Auf Einzelheiten der Rechnung wird in einer für die Zeitschriften der Physik geplanten Veröffentlichung eingegangen.

erfolgt — wie man zahlreichen Pulvermustern entnehmen kann — in der in Abb. 3 skizzierten Weise durch einen Prozeß abwechselnder Wandverschiebung und Drehung.

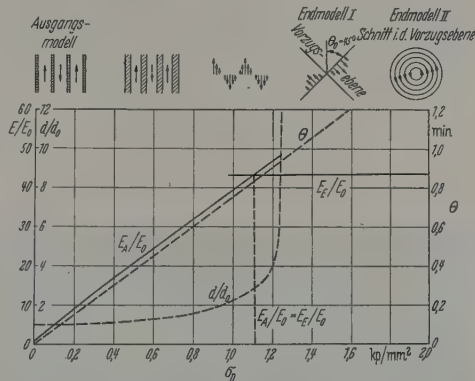


Abb. 4. Reduzierte Energiedichten, Richtung der Magnetisierung und reduzierte Wanddicke als Funktion der Druckspannung σ_D , die den Winkel $\Theta_0 = 45^\circ$ mit der [100]-Richtung bildet

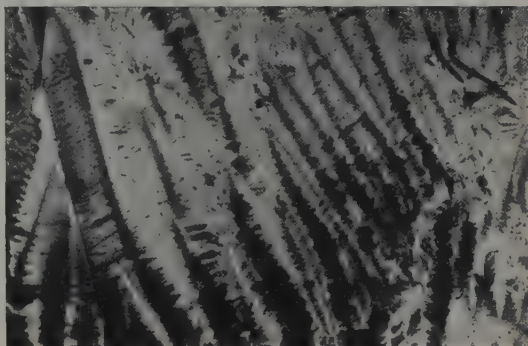


Abb. 5. Druckspannungsmuster im Übergangsstadium.

1 cm = 0,004 mm

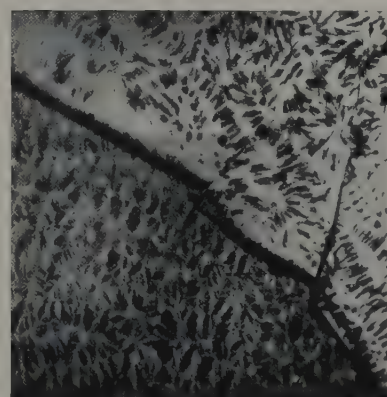


Abb. 6. Druckspannungsmuster (rechts oben zerfallene Bereichsstruktur).

1 cm = 0,004 mm

Überlagerung einer Druckspannung

Durch Überlagerung einer Druckspannung σ_D entsteht eine Vorzugsebene senkrecht zum Druck (Abb. 1c; $45^\circ < \Theta_0 < 90^\circ$). Es wird angenommen, daß keine senkrecht zur Bildebene magnetisierten Keime

vorhanden sind. Abb. 4 zeigt für $\Theta_0 = 45^\circ$ d. θ bzw. E_A in Abhängigkeit von σ_D . Die Dicke der Wände nimmt hier mit wachsender Spannung zu. Bei $\sigma_D > 1,2 \text{ kp/mm}^2$ ist die Wanddicke gleich der Bezirksbreite. Dreht sich die Magnetisierung in benachbarten Wänden im gleichen Sinn, so entsteht eine spiralförmige Anordnung der Magnetisierungsvektoren.

Für große Druckspannungen gibt es für $45^\circ < \Theta_0 < 58^\circ$ zwei Modelle gleicher Energiedichte (Austauschenergie und Oberflächeneffekte vernachlässigt.) Das erste Modell besteht aus einer Spirale, deren Magnetisierung sich in der Vorzugsebene um die Richtung der Druckspannung windet. Im zweiten Modell

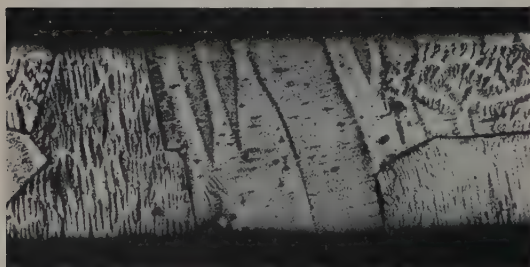


Abb. 7. Streifenförmiges Druckspannungsmuster. $\left| \frac{1 \text{ cm}}{\quad} \right| = 0,01 \text{ mm}$

ordnet sich die Magnetisierung in der Vorzugsebene so an, daß in der Oberfläche keine Pole entstehen. Bei kreisförmiger Begrenzung der Vorzugsebene liegen die Magnetisierungsvektoren auf Kreisen (vgl. Skizzen in Abb. 4). Unter Berücksichtigung der endlichen Probenausbildung ist das zweite Modell günstiger.

Bei $\Theta_0 = 45^\circ$ wird für $\sigma_D > 1,2 \text{ kp/mm}^2$ $E_E < E_A$. (Abb. 4 E_E = Energiedichte der Endmodelle für $\Theta_0 = 45^\circ$.) Der Umgruppierungsprozeß beginnt also mit einem Dickerwerden der Wände und endet in einem Zerfall der Bereichsstrukturen.

Abb. 5 zeigt ein Druckspannungsmuster im Übergangsstadium. Die mehr oder weniger starken Kolloidkonzentrationen stellen sicher nicht die Wand selbst dar. Sie werden sich in den Streufeldern der

mehr oder weniger verdickten Bloch-Wände außerhalb der Wände gebildet haben. Es ist anzunehmen, daß dem Muster der Abb. 6 eine zerfallene Bereichsstruktur zugrunde liegt, bei der sich die Magnetisierung den Störungen der Oberfläche angepaßt hat.

Für $58^\circ < \Theta_0 < 90^\circ$ und große Spannungen ergibt die Rechnung eine plattenförmige Anordnung mit verdickten Wänden senkrecht zur Richtung von σ_D . Ein solches Muster zeigt Abb. 7.

Zusammenfassung

Die Bloch-Wände haben einen entscheidenden Einfluß auf die Drehung der Magnetisierungsvektoren in den Bereichen. Beim reinen Zugspannungsversuch erfolgt die Umgruppierung durch abwechselnde Drehung und Wandverschiebung. Bei Druckspannung wird der Umgruppierungsprozeß von einer Verbreiterung der Wände begleitet, die für $\Theta_0 = 45^\circ$ zu einem Zerfall der Bereichsstruktur führt. Man wird daher durch Druck verspannten Proben bei der Deutung von Magnetisierungsvorgängen einem endlichen homogen magnetisierten Wandvolumen Rechnung tragen müssen. Man kann rückwirkend schließen, daß bei 50% Ni 50% Fe trotz der geringen Kristallenergie im unverspannten Zustand Elementarbereiche existieren.

Allgemein sind derartige Ergebnisse für Materialien kleiner Kristallenergie¹ und relativ großer Magnetstriktion zu erwarten. Für Materialien negativer Magnetostriktion vertauscht sich dabei nur die Richtung von Zug und Druck.

Herrn Dr. W. ANDRÄ danke ich für kritische Durchsicht des Manuskriptes.

Literatur: [1] GREINER, CH.: Ber. der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus 1959.

Dr. CHRISTA GREINER,
Institut für Magnetische Werkstoffe, Jena

¹ Wobei die Kristallenergie noch so groß sein muß, daß im Ausgangszustand zur Bildung von Elementarbereichen kommt.

Über das dynamische Verhalten der Bloch-Wände in kornorientierten Blechen

VON PETER-KONRAD HERMANN

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 20. Dezember 1960)

Die experimentellen Möglichkeiten zur Aufnahme der Konfiguration der Weißschen Bezirke und der Bloch-Wände beschränken sich fast durchweg auf statische Zustände. Man kann lediglich an der Linienverdoppelung der Bitterschen Streifen beim Magnetpulververfahren im Bereich reversibler periodischer Flußänderungen auf die Schwingungsbreite einer Bloch-Wand schließen und feststellen, daß nicht alle Wände und die beteiligten in unterschiedlichem Maße an der Ummagnetisierung beteiligt sind. Aus der Drehung der Polarisationssebene reflektierten Lichtes kann man ebenfalls und vielleicht noch besser das

dynamische Verhalten von Bloch-Wänden erkennen. In beiden Fällen kann man nur die auf der Oberfläche entstehenden Spuren dieser Wände beobachten, aber nicht das für dynamische Vorgänge gerade wichtige Verhalten der zur Oberfläche parallelen oder nahezu parallelen Wände feststellen. BOERSCH [1] berichtete 1959 über Beobachtungen an dünnen Schichten mit Durchstrahlungsverfahren mit Licht und mit Elektronenstrahlen. Für technische Bleche mit 0,05 bis 0,5 mm Dicke ist man bezüglich der inneren dynamischen Vorgänge jedoch nach wie vor auf Hypothesen angewiesen, die nur an der Brauchbarkeit zur Deutung von

Magnetisierungseffekten geprüft werden können. Abb. 1 zeigt den durch gestrichelt eingetragene Wirbelstromfelder bewirkten, bei der dynamischen Ummagnetisierung aus dem Remanenzpunkt heraus folgenden Übergang von statischen zur Oberflächen senkrechten 180° -Wänden in vorzugsweise dicht unter der Oberfläche zu dieser parallel verlaufende, die Ummagnetisierung durch Einwandern zur Blechmittellinie bewirkende Wände. Die obere Darstellung zeigt die anfängliche Erweiterung der schmalen in der neuen Magnetisierungsrichtung orientierten Bereiche, die in der Oberflächennähe schneller als in Blechmitte erfolgt, wie sie hier durch das Wirbelstromfeld gehemmt wird.

ströme überbrücken auch die ursprünglichen Stegstellen. Das Weiterwandern der zur Oberfläche senkrechten Stirnseiten der Bloch-Wandschläuche wird daher durch diese Randströme und zusätzlich durch den Rest der durch ihr eigenes Wandern erzeugten Wirbelstromfelder des in der oberen Darstellung in Abb. 1 gezeigten Typs behindert. Auf diese Weise bleiben gegen Ende der Ummagnetisierung flache breite Schläuche in der Blechmittelebene stehen, die während des Nulldurchganges der induzierten Spannung bei verschwundenem Wirbelstromfeld Zeit haben, sich wieder in den statisch günstigeren Zustand mit oberflächensenkrechten Wänden umzuformen, nur

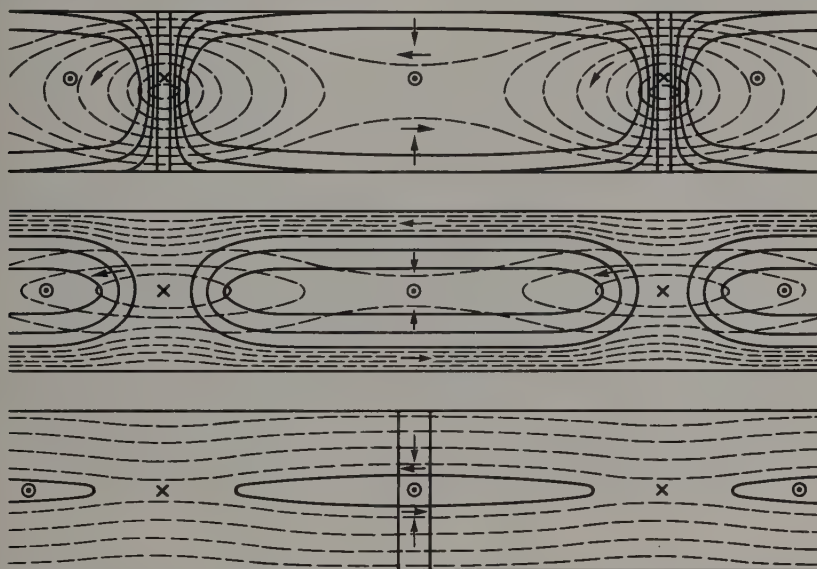


Abb. 1. Übergang von Querwänden auf oberflächenparallele Bloch-Wände als Ummagnetisierungszone

Sobald das Integral über die durch die Wirbelstromfeldstärke und die Sättigungsmagnetisierung bedingte Zusatzenergie je Raumeinheit längs der Spur der Bloch-Wand in der Zeichenebene zwischen den Blechoberflächen als Integrationsweg größer wird als die Bloch-Wandenergie je Flächeneinheit, wird auch der Unterschied der Feldkräfte auf Teile der Bloch-Wand in Oberflächennähe und in der Blechmitte größer als deren Oberflächenspannung und ausreichend, um an Stelle einer fortgeschleppten, durchgehenden aber in ihrer Form konstantbleibenden Blochschen Querwand eine ebene Sixtus-Tonks Welle verschoben zu lassen, die sich dann schnell mit der Welle der nächsten Schmalzone her ihr entgegenlaufende Welle zu einem in sich geschlossenen Schlauch vereinigt. Die in der mittleren Darstellung von Abb. 1 gezeigte weitere Ummagnetisierung wird dann vorzugsweise von der Einwanderung dieser oberflächenparallelen Teile der Schlauchoberfläche getragen, wobei das Wirbelstromfeld in der hier dargestellten, für eine mit rechteckförmiger Hysteresiskurve typischen Weise mit konstanter, der Einwanderungsgeschwindigkeit der Wand proportionaler Stromdichte im Raum zwischen Blechoberfläche und Wand und mit minimaler Stromdichte in den noch nicht ummagnetisierten mittleren Bereichen ausbildet. Diese Rand-

behindert durch die mit dieser inneren Ummagnetisierung verbundenen Wirbelströme.

Es soll versucht werden, die bekannte bei kornorientierten Blechen besonders ausgeprägte Wirbelstrom- und Hystereseanomalie im Rahmen der hier entwickelten Vorstellungen vom Ummagnetisierungsprozeß zu deuten. ZEHLER [2] findet an siliziiertem Eisen mit Gosstextur bei einer Induktion von 10 kG den aus der Vorstellung oberflächenparalleler Ummagnetisierungsfronten theoretisch erwarteten Wirbelstromverlustanstieg mit der Frequenz und bei 15 kG einen um 17% zu steilen konstanten Wirbelstromverlustanstieg in einem Frequenzbereich von 100 bis 1000 Hz. Unterhalb von 100 Hz ist der Frequenzanstieg in beiden Fällen wesentlich steiler als er nach der Theorie sein sollte. Der aus der Extrapolation der Meßwerte bei hohen Frequenzen gefundene Hystereseverlust ist nahezu doppelt so groß wie der ballistisch gefundene Hystereseverlust. Die Differenz dieser beiden Werte wird als dynamischer Hystereseverlust bezeichnet. Es gelingt nicht, oder doch nur in wenigen Fällen an dünnen Blechen, diese dynamischen Hystereseverluste auf den Unterschied der Wandenergie im statischen Fall mit senkrechten Wänden und im dynamischen Fall mit insgesamt sehr viel größeren oberflächenparallelen Wänden zurückzuführen, wie

FRIEDLAENDER versucht hat [3]. Der Betrag der dynamischen Hystereseverluste müßte dann unabhängig von der Blechdicke und bei Blechen von 0,35 mm Dicke etwa 10mal kleiner sein, als er gefunden wird. WIENER [4] und ZEHLER [2] haben festgestellt, daß eine Korrelation dieser Zusatzverluste mit der Fehlorientierung der Kristallite im kornorientierten Blech nachweisbar ist. Insbesondere hat ZEHLER die Vorzugsrichtung von 50%igem Nickeisenblech durch Spannungsanisotropie verbessert und bei einer Zugspannung von $5,7 \text{ kp/mm}^2$ einen Rückgang der statischen und der dynamischen Hystereseverluste auf etwa die Hälfte gefunden. ZEHLER hat auch nachgewiesen, daß die durch Fehlorientierung bedingte Streufeldenergie ihrem Betrage nach die dynamische

parallel zur Oberfläche, und die zum Herausrehen der Magnetisierung aus der Vorzugsrichtung erforderliche Querfeldstärke wird durch die freie magnetische Ladung von Oberfläche und Bloch-Wand erzeugt, wodurch die Restabweichung der Magnetisierungsrichtung von der Oberflächenparallelität entsteht. Die Zwickel, aber eben nur sie, enthalten innere Streufeldenergie, während äußere Streufeldenergie bei so dünnen magnetischen Doppelschichten fast ganz vermieden wird. Der Abstand der quermagnetisierten Bereiche und ihre Breite stellt sich so ein, daß die Summe der Wandenergien und der Streufeldenergie ein Minimum wird. Die ersteren steigen, die letzteren fallen mit der Anzahl der Querzonen. Die Abstände werden also um so größer, je kleiner der Fehlwinkel

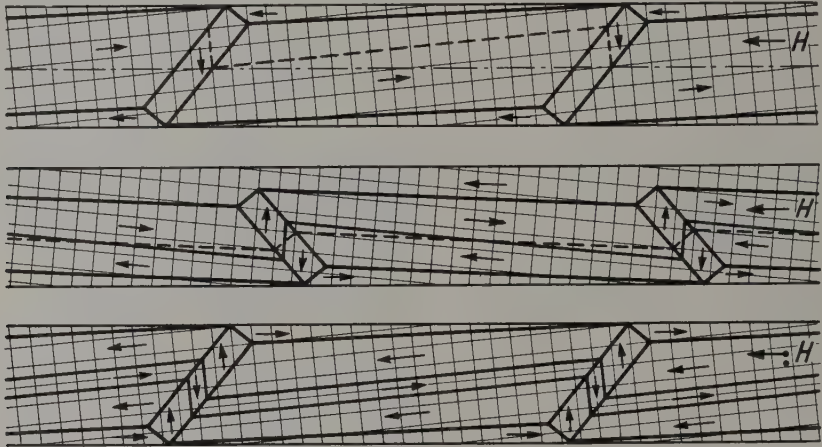


Abb. 2. Ummagnetisierung bei fehlorientierten Kristalliten

Hysteresere darstellen kann. Es fehlt nur die Deutung dafür, daß diese Streufeldenergie jedenfalls zum Teil in jeder Halbwelle einer Ummagnetisierung als Wirbelstromverlust in Wärme umgesetzt wird. Diese Deutung wird wie folgt versucht: In Abb. 2 sind die Schnitte von drei Blechen in Magnetisierungsrichtung (im Unterschied zu Abb. 1) dargestellt, und zwar im oberen Blech der Zustand bei maximaler Remanenz, wenn die $[100]$ -Richtung der Kristallite einen kleinen Fehlwinkel von z. B. 1:10 mit der Oberfläche in Magnetisierungsrichtung bildet. Es müssen sich dann schmale Bänder zwischen den Oberflächen unter nahezu 45° bilden, die durch 90° -Wände begrenzt sind und die den durch die Fehlorientierung bedingten Querfluß periodisch zurückführen, damit zwischen den Blechen kein Querfluß auftritt, der zu übermäßig starker Streufeldenergie führen würde. Auch die mit diesem periodisch zurückgeführten Querfluß verbundenen äußeren Streufelder verschwinden, wenn man wie in Abb. 2 dargestellt, dreieckige schmale Randbereiche mit Gegenmagnetisierung mit 180° Bloch-Wänden gegen die Hauptbereiche annimmt, die nur den halben Fehlwinkel mit der Oberfläche bilden. Die Magnetisierung dieser als Zwickel bezeichneten Randbereiche muß allerdings nahezu um den vollen Fehlwinkel aus der Kristallvorzugsrichtung herausgedreht sein, also fast genau parallel zur Oberfläche verlaufen, damit die Flußbilanz ohne äußere Streufelder auskommt. Die Induktion verläuft dann genau

Das mittlere der in Abb. 2 dargestellten Bleche bei einem spiegelbildlichen Fehlwinkel und zeigt einen Zustand nach begonnener Ummagnetisierung. Da die gegenmagnetisierten Zwickel die Keimzellen für die beginnende Ummagnetisierung sind, stellen der 180° -Wände zu den Hauptbereichen bereits die Ummagnetisierungsfront dar, die in das Blech einwandern kann. Dabei vergrößert sich die „verspannte“ Zwickelzone, denn die Oberflächen- und Wandladungen ebenso wie die Querfeldstärke und somit die Streufeldenergiedichte dieser Bereiche müssen erhalten bleiben. Nachdem eine gewisse Eindringtiefe erreicht ist, ist diese Energie soweit angewachsen, daß der Zustand der unteren Seite des mittleren Bleches dargestellt ist, bei dem sich neue, der neuen Magnetisierungsrichtung und der äußeren Feldstärke entgegengerichtete Zwickel an der Oberfläche gebildet haben. energieärmer und die bisherige Eindringzone „erspannt“ ist, also mit ihrer Magnetisierungsrichtung die Vorzugsrichtung zurückgeschwenkt ist. Denken wir diesen Umordnungsprozeß bei festem Gesamtfluß ablaufen, so muß also die Wand im Blechinneren bei kleiner Feldstärke weiterwandern, und außen müssen gegen die Wirkung einer viel größeren, durch Wirbelströme ungeschwächten Feldstärke neue gegenmagnetisierte Bereiche aufgebaut werden. Der Umordnungsprozeß wird dadurch verzögert, und zwar um so länger in einer Ummagnetisierungshalbwelle, je höher die Wirbelfeldstärke, je höher also die Frequenz ist. Ober-

bei einer gewissen Frequenz erfolgt der Umordnungsprozeß erst dann, wenn $dB/dt=0$ wird, dann verhält sich das Blech so, als wenn die Hystereseverluste um den Betrag der Streufeldenergie des gesamten von der Wind überstrichenen Bereiches vergrößert gewesen wären. Der Umordnungsprozeß findet bei konstantem Glanfluß, also ohne Energierücklieferung an den Magnetisierungsstromkreis statt.

Zur experimentellen Prüfung von Kernen mit rechteckiger Hysteresiskurve wird empfohlen, auch rechteckförmigen Spannungsverlauf zu benutzen. Man ergibt die ideale Ummagnetisierung eine paragrammförmige dynamische Hysteresekurve. Ist die experimentell gefundene Neigung der steilen Äste der dynamischen Hysteresiskurve kleiner als die theoretische, so ist die „wirksame Bloch-Wandfläche“ kleiner als die doppelte Blechfläche. Ist der kleinste Feldwert des steilen Astes der dynamischen Hysteresis- H_d zu Beginn der Ummagnetisierung größer als die statische Koerzitivfeldstärke bei rechteckförmiger statischer Hysteresiskurve, so liegt dynamische Hysterese vor, und krümmt sich der steile Ast, vor der Sättigung mit erhöhten Feldstärken hin, so muß man annehmen, daß gewisse Teile der Kernbleche bereits durchmagnetisiert sind und daß die restlichen Wandflächen, die nahe der Blechmittelebene dann ohnehin mit starken Wirbelströmen verkettet sind, schneller wandern müssen, so daß die Wirbelströme nochmals verstärkt werden.

Wie GANZ [5] gezeigt hat, spielen dynamische Hysterese und Wirbelstromanomalie bei dünnen Blechen von 0,03 bis 0,08 mm Dicke eine noch viel

größere Rolle neben statischen Hysterese- und normalen Wirbelstromverlusten, so daß diese Besonderheiten erhöhte Bedeutung erlangen. Die Vorteile, die mit der gegliederten Würfeltextur an dünnen Eisen-siliziumblechen der Gosstextur in den statischen Hystereseverlusten tatsächlich erreicht wurden, können durch vergrößerte dynamische Hysterese und Wirbelstromanomalie mehr als wettgemacht werden.

Zusammenfassung

Der als dynamische Hysterese bekannte, insbesondere bei dünnen kornorientierten Blechen bedeutende Effekt läßt sich auf den Fehlwinkel der Kornorientierung in Flußrichtung gegen die Oberfläche der Bleche als Ursache zurückführen. Eine von anderer Seite aufgestellte Streufeldhypothese wird durch die Vermutung einer besonderen Verteilung der magnetischen Elementarbereiche mit charakteristischen, durch magnetische Ladungen fehlgerichteten Oberflächenbereichen ergänzt, die den Streufeldenergieverlust bei der Ummagnetisierung erklären.

Literatur: [1] BOERSCH, H.: Berichte der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus 1959, S. 78—85. Düsseldorf: Stahl Eisen 1960. — [2] ZEHLE, V.: Berichte der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus 1958, S. 61—65. Stuttgart: Dr. Riederer 1959. — [3] FRIEDLAENDER, F. J.: AIEE Trans. I 75, 268—278 (1956). — [4] WIENER, W.: Boston, 1956, AIEE, S. 388. — [5] GANZ, D.: Berichte der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus 1959, S. 59—65. Düsseldorf: Stahl Eisen m. b. H. 1960.

Dr. PETER-KONRAD HERMANN,
AEG-Forschungsinstitut, Berlin-Reinickendorf

Untersuchungen zur Rotationshysterese

VON VOLKMAR ZEHLE

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 10. November 1960)

Einleitung

Bei der Drehung eines magnetischen Körpers im Magnetfeld H_a muß ein Drehmoment D überwunden werden. Das Drehmoment entsteht dadurch, daß die Richtung der Induktion B im Körper von der Richtung des äußeren Feldes H_a und auch des inneren Feldes H_i abweicht; diese Erscheinung wird als Rotationshysterese bezeichnet. Zwischen Rotationshysterese und Wechselhysterese, die bei der üblichen Bestimmung bei Parallelrichtung von Feld und Induktion gemessen wird, bestehen gewisse Beziehungen. Das Ziel einer von uns vorgenommenen Untersuchung, von der hier einige Ergebnisse mitgeteilt werden, ist die Beziehung bei den für Hysteresemotoren verwendeten Werkstoffen festzustellen und außerdem den Einfluß der Körperform (Vollzylinder, Hohlzylinder) auf die Rotationshysterese zu messen und zu deuten.

1. Messung vom inneren Feld, Induktion und Hysteresedrehmoment

Die Messungen wurden an Voll- und Hohlzylindern mit einheitlichen Abmessungen (Durchmesser 47,5 mm,

Höhe etwa 48 mm) in einem Elektromagneten mit Polschuhen $10 \times 10 \text{ cm}^2$ (mit Randshims zur Homogenisierung) und 9,5 cm Abstand vorgenommen. Das Drehmoment wurde an dem vorher entmagnetisierten Körper mit geeichten Bronzefedern bei schrittweise gesteigerten Feldern bestimmt; es wird jeweils der nach hinreichendem Drehwinkel erreichte Grenzwert angegeben. Neben dem Drehmoment wurde in einigen Fällen auch der Verlauf des inneren Feldes und der Induktion bestimmt. Hierzu wurden zwei Alnico-Zylinder ($H_c = 175 \text{ Oe}$, $B_r = 9000 \text{ G}$) mit einem Luftspalt von 1 mm, in dem die Feldmeßspule angebracht wurde, auf gemeinsamer Achse aufeinandergesetzt; die Induktion wurde mit einer um den Körper gelegten Spule gemessen. Die Windungsflächen beider Spulen, die mit dem Körper gedreht wurden, lagen in der gleichen Ebene. Die bei Drehung in 15° -Intervallen ballistisch aufgenommenen B - und H -Änderungen zeigt Abb. 1 für $H_a = 1550 \text{ Oe}$. Die Integration beider Kurven liefert:

$$B = 8400 \sin(\varphi + 3^\circ) [\text{G}] \quad (1)$$

$$H_i = 166 \sin(\varphi - 24,6^\circ) [\text{Oe}] \quad (2)$$

Die auf diese Weise erhaltene Hysteresearbeit W_r wird mit der aus dem Drehmoment nach der bekannten Beziehung

$$W_r' = 2\pi D \quad (3)$$

erhaltenen Wert in der Tabelle verglichen. Beide stimmen gut überein. Erhöht man H_a auf 2570 Oe, dann ist der Verlauf von ΔH_i im Gegensatz zu ΔB

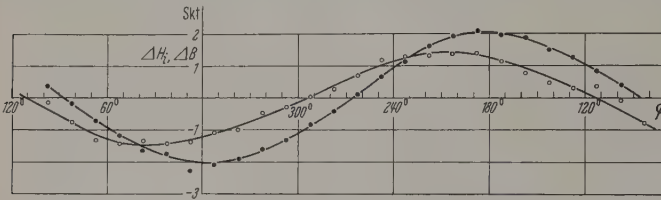


Abb. 1. ΔH_i (○—○) ΔB (●—●) für Drehwinkel $\Delta\varphi = 15^\circ$ bei Rotationshysterese, $H_a = 1550$ Oe.

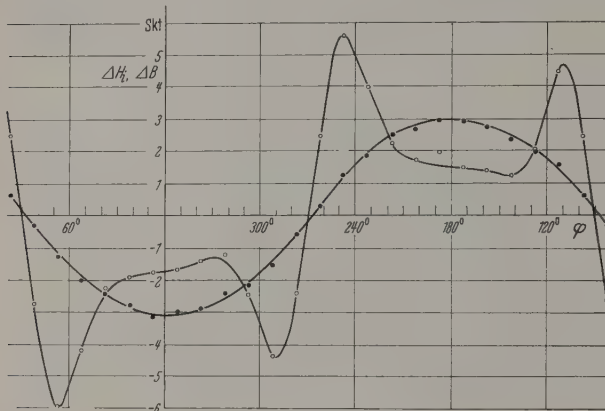


Abb. 2. Wie Abb. 1, jedoch $H_a = 2570$ Oe

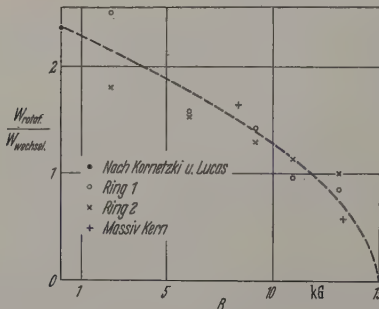


Abb. 3. Verhältnis der Rotationshystereseverluste zu den Wechselhystereseverlusten

nicht mehr sinusförmig (s. Abb. 2); die Gründe dafür sollen hier nicht diskutiert werden. Es überrascht

Tabelle

Material	H_a [Oe]	Drehmoment (hyst.) [erg/cm ³]	Drehmoment (mechan.) [erg/cm ³]
1. Alnico	1550	$5,12 \cdot 10^4$	$4,97 \cdot 10^4$
2. Alnico	2570	$7,9 \cdot 10^4$	$5,16 \cdot 10^4$
3. T 18	1040	$0,395 \cdot 10^4$	$0,400 \cdot 10^4$

daher nicht, daß die für das Drehmoment in der Tabelle angegebenen Werte stark voneinander abweichen. Dagegen konnte bei einem geringeren Wert für H_a

mit einem anderen Werkstoff (Werkzeugstahl T 1) wieder sehr gute Übereinstimmung erzielt werden (s. Tabelle).

2. Rotations- und Wechselhysterese

Ein Vergleich zwischen D und W_r in Gl. (3) ist nur dann möglich, wenn W_r direkt bestimmbar ist; das ist aber nur dann der Fall, wenn B und H_i in Läuferinnen homogen sind. Andererseits kann man aber bei komplizierten Feldverhältnissen etwa bei Ringen aus Grund von Gl. (3) durch Messung von indirekt auch W_r bestimmen. Auf diese Weise wurde das Verhältnis der Rotationshystereseverluste zu den Wechselhystereseverlusten erhalten, das Ergebnis zeigt die Abb. 3. Der Verlauf entspricht dem bekannten Bild von

BRAILS FORD [1]. Auch mündet die Extrapolation für verschwindende Magnetisierung etwa in den Wert $3\pi/4 = 2,36$ ein, welches KORNETZKI und LUCAS [2] für den Fall berechnen, daß die Ummagnetisierung durch Wandverschiebungen erfolgt. Dieses Verhalten legt die Vermutung nahe, daß auch hier bei kleinen Feldern die Ummagnetisierung über Wandverschiebungen abläuft. Der Verlauf kann jedoch im Augenblick keine Entscheidung gefällt werden: Zwar existieren eingehende Untersuchungen von SCHÜLER [3] sowie JACOBS und LUBORSKY [4] über die Abhängigkeit der Rotationshystereseverluste vom äußeren Feld bei irreversibler Drehung der Magnetisierung in Einbereichsteilchen, doch gestatten diese keine Aussagen über das Verhältnis der Rotationshystereseverluste zu den Wechselhystereseverlusten. In der Sättigung liegt die Magnetisierung parallel zum äußeren Feld, und es finden in jedem Falle reversible Drehungen statt, welche keine Verluste verursachen.

3. Vergleich verschiedener Probenformen

Zur Klärung der Frage, wie weit sich im einzelnen Wandverschiebungen und Drehprozesse auf die Drehmomentbildung auswirken, soll im folgenden die Abhängigkeit des Drehmomentes pro Volumeneinheit von der äußeren Feldstärke untersucht werden. Die Ergebnisse an verschiedenen Voll- und Hohlzylindern sind in Abb. 4 zusammengefaßt. Die isotropen Alnico-Läufer bestehen sämtlich aus dem gleichen Material wie der eingangs untersuchte Vollkörper ($H_c = 175$ Oe, $B_r = 9000$ G). Die Eigenschaften der radial vorzugsgerichteten Ringe sind dagegen nicht bekannt. Die Chromstahlringe haben die Werte $H_c = 57$ Oe und $B_r = 8000$ G. Das Drehmoment des massiven Alnico-Läufers steigt mit wachsender Feldstärke an, um nach Überschreiten eines Maximums bei 2000 Oe wieder abzufallen. Anders verhalten sich dagegen Hohlzylinder, bei denen bis etwa 2000 Oe noch kein Abfall des Drehmomentes auftritt. Ihre Drehmomentkurven verlaufen unabhängig vom Material qualitativ ähnlich zum Unterschied von dem Vollkörper, obwohl dies aus dem gleichen Material wie einer der Ringe besteht. Wieder anders liegen die Verhältnisse bei Ringen, die mit einem Weicheisenfutter versehen wurden, welche

Fluß- und Feldverteilung beeinflusst, aber selbst einen Beitrag zum Drehmoment liefert.

4. Deutung der Drehmomentkurven

Eine exakte Beziehung für die Abweichungen der Hohlzylinderkurven von denen eines Vollzylinders läßt sich wegen der inhomogenen Feld- und Flußverteilung nicht geben. Qualitativ läßt sich folgendes sagen: Es ist bekannt, daß das Maximum des Drehmoments etwa bei dem Wert H_{ik} , der inneren Feldstärke erreicht wird, bei der die Wechsellystereseleife ihr „Knie“ hat. Dieser Wert H_{ik} wird in

drehen der Magnetisierung aus der azimutalen Richtung erschwert, daher dürfte ein Abfall des Drehmoments erst bei wesentlich höheren Feldstärken beobachtbar sein. Bei den Hohlzylindern mit Eisenfutter konnte das Erreichen eines Maximums bis $H_a = 2000\text{ Oe}$ nicht beobachtet werden. Nach der Auffassung von JÄESCHKE [5] sollte hier reine Wechsellysterese auftreten: Das Magnetfeld durchsetzt den hochkoerzitativen und daher niedrigerpermeablen Ring auf einem möglichst kurzen Weg, da ein Umweg im Weicheisenfutter praktisch nur einen vernachlässigbaren Anteil zum Wegintegral von \oint liefert. Dann sollten Feld und Induktion radial verlaufen. Ferner wird hier im Gegensatz zu den Hohlzylindern praktisch keine Abhängigkeit von der Wanddicke beobachtet. Das beruht einerseits darauf, daß das Eisenfutter bei allen drei Zylindern für die gleiche Entmagnetisierung sorgt; außerdem durchsetzen Feld- und Induktionslinien das hysteretische Material nahezu gleichmäßig.

Zusammenfassung

An einem Zylinder aus Alnico wird bei Drehung im homogenen äußeren Feld, inneres Feld und Induktion gemessen. Die daraus ermittelte Rotationshysteresearbeit stimmt mit der aus dem direkt gemessenen Drehmoment bestimmten Arbeit überein. In Messungen an Voll- und Hohlzylindern wird das Verhältnis Rotationshysteresese zu Wechsellysterese bei verschiedenen Induktionen bestimmt, wobei die Rotationshysteresese aus dem Drehmoment berechnet wird. Die Abhängigkeit des Drehmomentes von der äußeren Feldstärke wird an Hohlzylindern aus Alnico und Chromstahl gemessen und diskutiert.

Herrn Dr. SIXTUS für zahlreiche Diskussionen herzlich zu danken ist mir eine angenehme Pflicht. Die Messungen wurden von Herrn Ing. H. RECK durchgeführt, ihm sei ebenso gedankt wie den Deutschen Edelstahlwerken in Dortmund für die Überlassung der verschiedenen Proben.

Literatur: [1] BRAILSFORD, F.: J. Instn. Electr. Engrs. 83, 566 (1938); 84, 399 (1939). — [2] KORNETZKI, M., u. I. LUCAS: Z. Physik 142, 70 (1955). — [3] SCHÜLER, K.: Wiss. Z. HfV. Dresden 7, 57 (1959/60). — [4] JACOBS, I.S., and F.E. LUBORSKY: J. Appl. Phys. 28, 467 (1957). — [5] JÄESCHKE, H.E.: Diss. T. H. Breslau 1940.

Dr. VOLKMAR ZEHLER, AEG-Forschungsinstitut, Frankfurt/M.

Zur Theorie der Ummagnetisierung dünner Schichten

Von WILFRIED ANDRÄ

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 18. Oktober 1960)

Die theoretischen Untersuchungen der Ummagnetisierung dünner Schichten befaßten sich bisher ausschließlich mit der homogenen Rotation [1] und einem speziellen Modell der Wandverschiebungen [2], wäh-

rend auf die inhomogenen Rotationen, z.B. auf die Keimbildung, wenig eingegangen worden ist. Um die Keimbildung in Strenge behandeln zu können, müßten die Methoden der Variationsrechnung (Theorie des

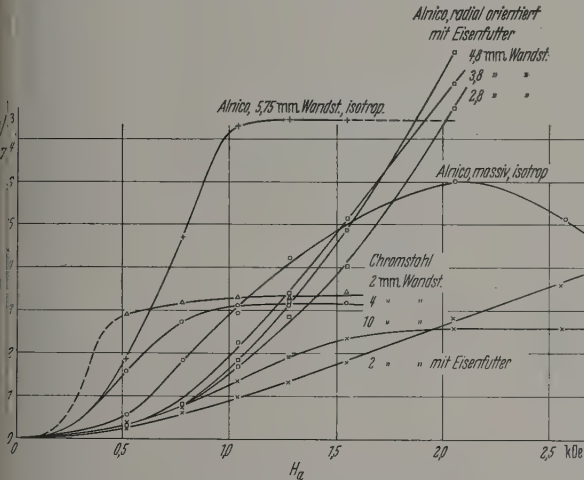


Abb. 4. Hysteresedrehmomente verschiedener Probekörper

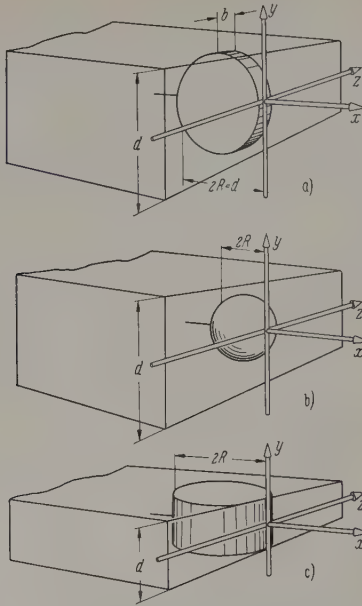


Abb. 1. a Keim als hochstehende Kreisscheibe variabler Dicke b ; die optimale Dicke wird durch Aufsuchen des Extremums der Keimbildungsfeldstärke $H_{an} = H_{an}(b)$ bestimmt. b Keim als Kugel mit variablem Radius R ; Bestimmung des optimalen Radius analog a. c Keim als liegende Kreisscheibe mit variablem Radius R ; die Bestimmung des optimalen Radius ergibt für homogene Schichten $R_{opt} = \infty$ und $H_{an} = H_A$

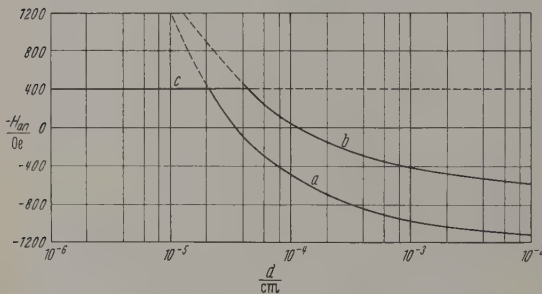


Abb. 2. Berechnete Keimbildungsfeldstärken H_{an} in Abhängigkeit von der Schichtdicke d für einachsige anisotrope Ni-Schichten ($H_A = 2 K^*/M_s = 400$ Oe, $\bar{\gamma} = 0,5$ erg cm^{-2} gesetzt); die Buchstaben beziehen sich auf die Modelle der Abb. 1

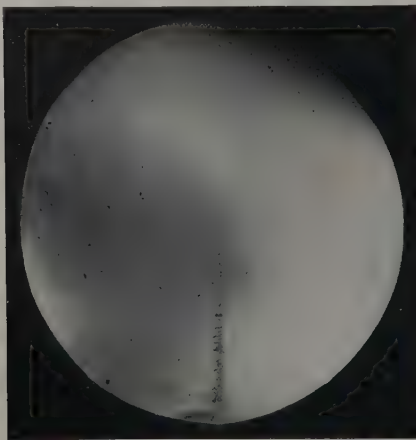


Abb. 3. Keimbildung inmitten einer aufgedampften Kobaltschicht ($d = 685$ Å); die Keime entstehen dort, wo eine 180° -Bloch-Wand längere Zeit gelegen und infolge Alterung eine K^* -Inhomogenität verursacht hatte [6]

Mikromagnetismus [3]) angewendet werden, die allgemein mit erheblichem mathematischen Aufwand verbunden sind. Statt dessen sollen im folgenden nach Einführung von vereinfachenden Voraussetzungen die Methoden der Extremalrechnung (Berechnungstheorie) angewendet werden in der Hoffnung, die Vereinfachung einige wesentliche Züge übersichtlich beschreiben zu können.

1. Keimbildung im homogenen Material [4]

Wie die Experimente zeigen, entstehen Keime häufig am Schichttrand. Wir beschränken uns darauf auf die Umgebung des Randes einer ebenen Schicht, deren Normale parallel zur y -Achse liegen soll. Die Schicht sei homogen, in der negativen x - sowie $\pm z$ -Richtung unendlich ausgedehnt und werde schließlich begrenzt durch eine ebene Fläche, die senkrecht zur Schichtoberfläche liegt (Abb. 1). Ferner soll die Schicht einachsige Anisotropie mit der Vorzugsachse parallel zur x -Achse besitzen. Im Ausgangszustand

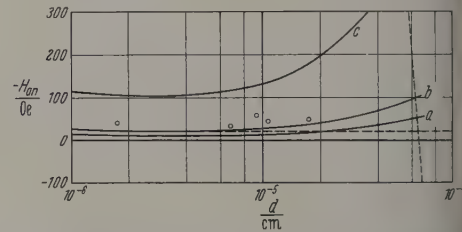


Abb. 4. Für kreisscheibenförmige Keime berechnete Keimbildungsfeldstärken H_{an} in Abhängigkeit von der Schichtdicke d für Kobaltschichten in Abb. 3 gezeigten Art; in einem Gebiet des Durchmessers b_1 ist K^* gesetzt; die Kurven a, b, c entsprechen den Werten $b_1 = 10^{-3}$ bzw. $5 \cdot 10^{-3}$ bzw. 10^{-2} cm; die gestrichelten Kurven entsprechen der Keimbildung an der Schichtkante des homogenen Materials ($H_A = 20$ Oe, $\bar{\gamma} = 12,3$ erg cm^{-2}); die Kreise H_c -Messungen an einer Serie von ähnlichen Kobaltschichten

sei die Schicht in positiver x -Richtung gesättigt. In der Nähe des Schichtrandes soll nun innerhalb eines Teilgebietes mit dem Volumen V unter der Wirkung eines homogenen äußeren Feldes H_a (parallel zur x -Richtung) die Magnetisierung M_s homogen um einen Winkel φ aus der x -Achse herausgedreht sein, während die restliche Schicht weiterhin in der positiven x -Richtung gesättigt bleibt. Das bedeutet, daß an der Oberfläche O des Teilgebietes eine Bloch-Wand entstanden ist und Pole gebildet worden sind. Der vorabhängige Teil der Energie ist dann genähert

$$E(\varphi) = V(\varphi) K^* \sin^2 \varphi - V(\varphi) \bar{H}(\varphi) M_s + O(\varphi) \bar{\gamma}(\varphi),$$

wobei K^* die Anisotropiekonstante und $\bar{\gamma}$ die mittlere spezifische Bloch-Wandenergie bedeuten, während \bar{H} die zur Magnetisierung parallelen Komponenten des äußeren Feldes sowie der Streufelder der Schichtkante und der auf O gebildeten Pole enthalten sind. Es wird vorausgesetzt, daß Größe und Form des Teilgebietes sich nicht mit φ ändern und daß die Winkelabhängigkeit der spezifischen Wandenergie durch $\bar{\gamma} \cos \varphi$ beschrieben werden kann. Dann läßt sich (1) vereinfachen zu

$$E(\varphi) = V K^* \sin^2 \varphi - V M_s \bar{H}^* \cos \varphi,$$

wobei in \bar{H}^* das äußere Feld H_a , das mittlere einmagnetisierende Feld der Schichtkante, das mittlere

ermagnetisierende Feld des Keimes und ein fiktives Feld $O/V \cdot \tilde{\gamma}/M_s$ enthalten sind. (2) ist die Formel für inhomogene Rotation und liefert für die Ummagnetisierung des Keimvolumens die Feldstärke

$$\bar{H}_n^* = -\frac{2K^*}{M_s} = -H_A. \quad (3)$$

Nach Ausrechnung der in \bar{H}_n^* enthaltenen Anteile ergibt sich die zur Ummagnetisierung erforderliche äußere Feldstärke, die noch von Parametern abhängt, mit denen Form und Größe des Keimes beschrieben werden. Durch Aufsuchen des Extremums in Abhängigkeit von diesen Parametern findet man die unter der zugelassenen Auswahl günstigste Keimform und -größe sowie die zugehörige äußere Keimbildungsfeldstärke H_{an} . In Abb. 2 ist die Schichtdickenabhängigkeit von H_{an} für drei verschiedene Keimformen in Nickelschichten angegeben, wie sie an anderer Stelle [4], [5] berechnet worden ist. Unterhalb einer kritischen Schichtdicke (in Abb. 2 etwa $2 \cdot 10^{-5}$ cm) ist hiernach die homogene Rotation günstiger als die Keimbildung. Bei dem in Abb. 2 gezeigten Fall können in Schichten, deren Dicke größer als $3,5 \cdot 10^{-5}$ cm ist, bereits Keime entstehen, wenn das äußere Feld von der Sättigung kommend noch nicht Null erreicht hat.

2. Keimbildung im inhomogenen Material [5]

Die nach (3) berechnete Keimbildungsfeldstärke H_n^* ist eine Funktion der vier Größen d , M_s , K^* und $\tilde{\gamma}$. Gibt es am Schichtrand Gebiete, die größer sind als der optimale Keim und in denen eine oder mehrere dieser vier Größen vom Mittelwert in einer die Keimbildung begünstigenden Richtung abweichen, dann werden dort zuerst Keime entstehen. Solche Inhomogenitäten können einfach durch Einsetzen der abweichenden Werte in die Endformel berücksichtigt werden.

Sind diese Inhomogenitätsgebiete in irgendeiner Dimension kleiner als der optimale Keim, dann wird die günstigste Keimgröße und -form beeinflusst. Zur

Berechnung müssen spezielle Inhomogenitäten angenommen werden.

Es gibt auch die Möglichkeit, daß Inhomogenitäten, die vom Schichtrand weit entfernt sind, so stark wirken, daß an ihnen die Keimbildung eher einsetzt als an der Schichtkante. Abb. 3 zeigt inmitten einer Kobaltschicht Keime, die sich an Stellen lokaler K^* -Erniedrigung gebildet haben [6]. Die Rechnung nach dem oben angegebenen Modell ergibt, daß an derartigen K^* -Inhomogenitäten tatsächlich die Keimbildung leichter einsetzen kann als am Schichtrand, wenn die Inhomogenitätsgebiete eine gewisse Mindestgröße besitzen. In Abb. 4 ist das Ergebnis der Rechnung angegeben. Es zeigt sich, daß man zur Erklärung des Effektes den Durchmesser des Inhomogenitätsgebietes mit $\gtrsim 5 \cdot 10^{-3}$ cm ansetzen muß, in Übereinstimmung mit den aus Abb. 3 zu entnehmenden Keimgrößen.

Zusammenfassung

Die Keimbildung in dünnen Schichten wird mit den Mitteln der Bereichstheorie behandelt. Es ergibt sich, daß in homogenen einachsigen anisotropen Schichten unterhalb einer kritischen Schichtdicke, die vom Material abhängt, die Ummagnetisierung durch homogene Rotation am günstigsten ist. Bei dickeren Schichten kann Keimbildung eintreten, oberhalb einer gewissen Schichtdicke sogar vor Erreichen der Remanenz. Inhomogenitäten der magnetischen Eigenschaften erleichtern im allgemeinen die Keimbildung. Am Beispiel von K^* -Inhomogenitäten in Kobaltschichten wird gezeigt, daß auch in größerer Entfernung vom Schichtrand Keime entstehen können.

Literatur: [1] Siehe z.B. OGUEY, H.J.: Proc. Inst. Radio Engrs. **48**, 1165 (1960). — [2] NÉEL, L.: J. Phys. Radium **17**, 250 (1956). — [3] Siehe z.B. BROWN, W.F.: J. Appl. Phys. **30**, 62 S (1959). — [4] ANDRÁ, W.: Mber. dtsh. Akad. Wiss. **2**, 398 (1960). — [5] ANDRÁ, W.: Veröffentl. in Vorbereitung. — [6] DANAN, H., W. SCHÜPPEL, W. ANDRÁ u. H. GENGNAEL: Mber. dtsh. Akad. Wiss. **2**, 593 (1960).

Dr. WILFRIED ANDRÁ,
Institut für Magnetische Werkstoffe, Jena

Elektronenoptische Untersuchung von Domänengrenzen in dünnen ferromagnetischen Schichten

Von LUDWIG REIMER

Mit 10 Textabbildungen

(Eingegangen am 28. November 1960)

1. Untersuchungsmethode

Die Ausbildung und Wanderung von Domänen in dünnen durchstrahlbaren Nickel- und Eisen-schichten wird in einem elektromagnetischen Mikroskop (Siemens-Elmiskop I) nach einer von HALE, FULLER und RUBINSTEIN [1] beschriebenen Methode untersucht. Es handelt sich hierbei um eine elektronenoptische Schattenmethode, bei der das Objektiv ausgeschaltet ist und das Magnetfeld der Schicht durch Lorentz-Kraft eine entgegengesetzte Verschiebung der Schattenbilder von Bereichen mit antiparalleler Magnetisierung verursacht (Abb. 1). Dadurch entsteht an der Grenze der Bereiche entweder

eine Überlappung oder eine Lücke. Das Objektiv darf bei dieser Art der Abbildung aus zwei Gründen nicht eingeschaltet werden: 1. Das Magnetfeld des Objektivs liefert am Ort des Objektes ein Feld von etwa 1000 Oe senkrecht zur Schichtebene; 2. Bei einem voll eingeschalteten Objektiv geht die für diese Methode charakteristische Verschiebung der Domänenbilder verloren. Es ist lediglich möglich, mit dem Projektiv oder der Zwischenlinse eine Nachvergrößerung des Schattenbildes durchzuführen. Mit einem geeignet erregten Doppelkondensor kann ein sehr kleiner Fokus als Projektionszentrum der Schattenabbildung etwa 10 cm oberhalb des Objektes erzeugt werden. Damit die Domänen-

grenzen während der Beobachtung wandern können, wurde von HALE, FULLER und RUBINSTEIN [1] das Objektiv nur schwach erregt. Da hierbei kein definiertes

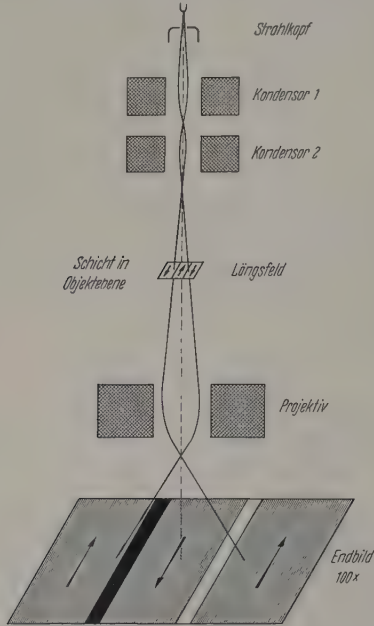


Abb. 1. Schematischer Strahlengang im Elektronenmikroskop zur Abbildung der Domänengrenzen

Feld parallel zur Schichtebene entsteht, wurde in der vorliegenden Arbeit das Objektiv durch einen Einsatz

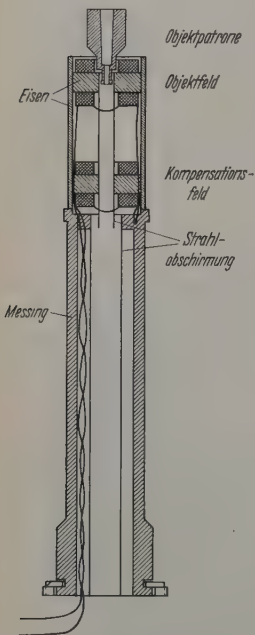


Abb. 2. Objektivvinsatz zur Erzeugung eines Magnetfeldes parallel zur Schichtebene

Spulen verteilt werden, daß das Schattenbild beim Anlegen des Feldes in der Bildschirmmitte verbleibt.

Leider wirkt diese Anordnung in erster Näherung als Zylinderlinse. Bei einem Feld von 60 Oe sind die Bilder der 200 μ -Maschen der benutzten Trägernetze in der einen Richtung um die Hälfte verkleinert. Nach Durchlaufen eines Strichfokus klappt das Bild um, so daß bei Feldstärken größer als 100 Oe auch noch Aufnahmen mit höheren anliegenden Feldstärken gemacht werden können. Bei Koerzitivkräften einer Schicht größer als 50 Oe ist in der Regel der remanente Zustand nach Anlegen verschieden großer Gegenfelder aufgenommen worden, da dann keine Bildverzerrungen auftreten und in den meisten Fällen keine Veränderungen beobachtet wurden, wenn man von Gegenfeldern in den remanenten Zustand zurückgeht.

2. Ergebnisse

a) Nickelschichten

Abb. 3 zeigt Domänenbilder einer 120 Å dünnen Nickel-Aufdampfschicht, welche direkt auf eine Formvarschicht als Trägerfolie aufgedampft wurde. Schichtträger wurden Netze mit 200 μ Maschenweite benutzt, von denen jeweils eine Netzmasche in den Abbildungen reproduziert ist. Nach einer Aufmagnetisierung der Schicht mit +800 Oe wurde ein Gegenfeld von -45 Oe angelegt, welches der Koerzitivfeldstärke dieser Schicht entspricht. Abb. 3a zeigt die Ausbildung der Domänen im anschließend feldfreien Zustand und Abb. 3b ebenfalls — aber nach Anlegen einer Feldstärke von +45 Oe in antiparalleler Richtung. Man erkennt in den Aufnahmen den entgegengesetzten Kontrast an den Domänengrenzen (Stellen, die vorher hell erscheinen, sind nach der Ummagnetisierung dunkel und umgekehrt). Es ist außerdem interessant, daß sich in beiden Fällen fast die gleichen Domänengrenzen einstellen (von kleinen Abweichungen abgesehen), obwohl die Magnetisierungsrichtungen entgegengesetzt sind. Bei einer Wechselfeldmagnetisierung der Schicht mit 50 Hz ergibt sich eine völlig andere Struktur mit wesentlich feinerer Unterteilung (Abb. 3c).

Neben Präparatstellen, die scharfe Domänengrenzen wie in Abb. 3 aufweisen, findet man in Aufdampfschichten auf ungeheizter Unterlage häufig Stellen, bei denen bereits im remanenten Zustand eine inhomogene Struktur beobachtet wird. Abb. 4 zeigt als Beispiel Domänenbilder einer 250 Å dünnen Schicht. Die Inhomogenität der Struktur nimmt mit wachsendem Gegenfeld zu (Abb. 4a und b), bis sie plötzlich mit großer Ausbreitungsgeschwindigkeit einen Bereich ausbildet (Abb. 4c) mit einer Begrenzung, die allerdings im Vergleich zu Abb. 3 oder 5 sehr inhomogen erscheint. Bei höheren Gegenfeldern breitet sich dieser Ummagnetisierungskeim weiter aus. Es liegt die Vermutung nahe, daß an diesen Präparatstellen homogene Spannungen vorhanden sind, die bereits in der Remanenz durch Spannungsanisotropie örtlich schwankende Vorzugsrichtungen der Magnetisierung schaffen. Mit wachsendem Gegenfeld wird die Magnetisierungsrichtung aus dieser Vorzugslage herausgedreht, bis es an einer Stelle zu einem Bereich mit fast antiparalleler Magnetisierung in Feldrichtung kommt, der sich dann weiter als Ummagnetisierungskeim ausbreiten kann. Eine solche Keimbildung ist besonders deutlich an einem Folienriß in einer 500 Å dünnen

Sucht zu erkennen, wobei man den inneren Spannungen auch Streufelder der Ummagnetisierung begünstigen können (Abb. 5).

Wenn man Nickelschichten bei erhöhter Träger-temperatur (200°C) aufgedampft (als Unterlagen wurden aus präparativen Gründen NaCl-Spaltflächen benutzt), so treten Störungen in den Bereichsgrenzen und in den Bereichsflächen (wie z.B. in Abb. 4 an einer kalt aufgedampften Schicht) wesentlich seltener auf und in der Regel nur an Stellen, die nach dem Eindruck des elektronenoptischen Bildes im Auffischen der Schicht stark deformiert sind. In der 260 \AA -Schicht (Abb. 6) erfolgt das Wachstum der Domänen vorzugsweise durch Wandern der Domänenspitzen in Feldrichtung, während das Breitenwachstum relativ gering ist.

Abb. 7 zeigt die Ausbildung der Domänen in einer elektrolytisch niedergeschlagenen Schicht auf einer Kupfer-Aufdampfschicht als Unterlage. Diese Unterlage wurde gewählt, um feinkristalline Nickelschichten mit Kristalliten der Größenordnung 200 \AA zu erhalten (REIMER [2]), die in etwa gleicher Größe in den auf NaCl (200°C) aufgedampften Schichten (Abb. 6) vorliegen. Während sich bei dieser Art von elektrolytisch niedergeschlagenen Schichten keine wesentlichen Unterschiede gegenüber Aufdampfschichten ergeben, ändern sich die Verhältnisse, wenn die Ausdehnung der Kristallite in der Schichtebene etwa 200 \AA übersteigt. (Man kann wegen der Epitaxie von Nickel auf Kupfer bei der elektrolytischen Abscheidung durch Variation der Kupferunterlage beliebige Korngrößen der Nickelschichten erhalten). Es werden dann keine großen Ummagnetisierungsbereiche wie in den bisherigen Bildern beobachtet, die ungeachtet der Kristallitgrenzen und der regellosen Kristallitorientierung bewegen, sondern die Magnetisierung ist selbst im Punkte der Remanenz so homogen, daß sie mit den hier benutzten elektronenoptischen Verfahren nicht aufgelöst werden kann.

Bei Nickelschichten auf polierten Kupfereinkristallen verschiedener Orientierung ergeben sich die gleichen Verhältnisse. Man kann aus diesen Ergebnissen den Schluß ziehen, daß sich in Nickelschichten große Bereiche mit scharfen Grenzen nur in feinkristallinen Schichten bevorzugt ausbilden, dagegen schwer in Schichten, bei denen die Kristallitausehnung in Schichtebene wesentlich größer als die Schichtdicke ist.

b) Eisen-Schichten

Dünne Eisen-Aufdampfschichten auf Formvar-Unterlage (z.B. 130 \AA , Abb. 8) zeigen keine Ausbildung

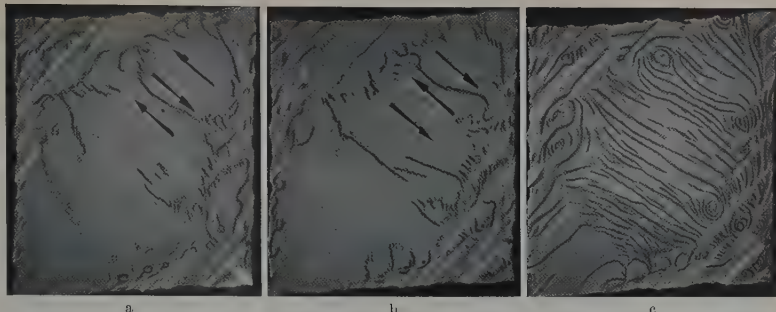


Abb. 3 a—c. Nickelschicht (120 \AA) auf Formvar aufgedampft. Nach Sättigung bei $+800\text{ Oe}$, a Feld von -45 Oe und anschließend b Feld von $+45\text{ Oe}$ (beide Aufnahmen bei abgeschaltetem Feld. Die Pfeile geben in drei benachbarten Bereichen die Richtung der Magnetisierung an), c nach Wechselfeldmagnetisierung (50 Hz)

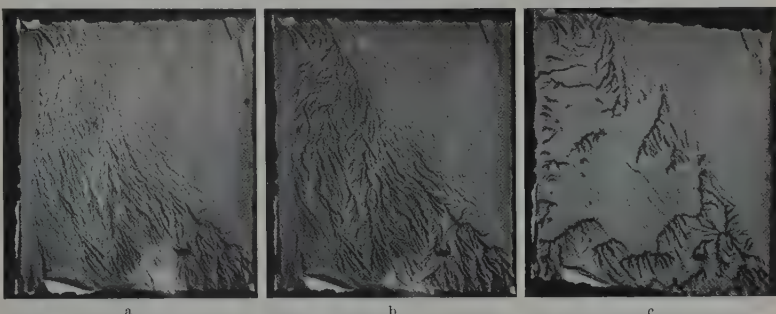


Abb. 4 a—c. Nickelschicht (250 \AA) auf Formvar aufgedampft. Nach Sättigung bei $+800\text{ Oe}$, Gegenfelder von a -6 Oe , b -13 Oe und c -20 Oe (Feldrichtung: \nearrow)

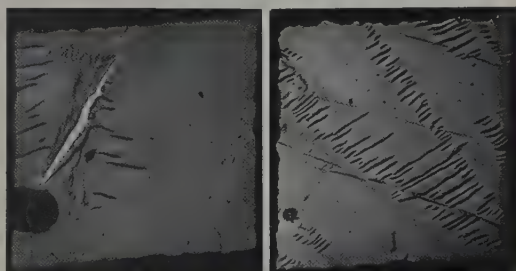


Abb. 5

Abb. 6

Abb. 5. Keimbildung an einem Foliensriß in einer Ni-Schicht (500 \AA) auf Formvarunterlage nach einem Gegenfeld (\leftarrow) von -70 Oe

Abb. 6. Ni-Schicht (260 \AA) auf NaCl (200°C Trägertemperatur während des Aufdampfens) nach einem Gegenfeld von -70 Oe (\nearrow)



Abb. 7. Elektrolytisch niedergeschlagene Ni-Schicht (250 \AA) auf Kupfer-Aufdampfschicht als Unterlage nach einem Gegenfeld von -70 Oe (\nwarrow)

scharfer Bereichsgrenzen. Es breiten sich Zonen inhomogener Magnetisierung von der linken oberen zur rechten unteren Bildecke aus (Abb. 8a und b) und wachsen schließlich zusammen (Abb. 8c). Bei einer dickeren Schicht (380 \AA , Abb. 9) beobachtet man

zunächst mit wachsendem Gegenfeld wie bei den Nickel-schichten der Abb. 4 stärkere Inhomogenitäten der Magnetisierung, bevor sich scharf berandete Bereiche ausbilden. In diesen ummagnetisierten Bereichen (Abb. 9c) ist die Eigenstruktur bis auf eine schwache Streifung senkrecht zur Feldrichtung gering, während die noch nicht ummagnetisierten Bereiche eine gröbere

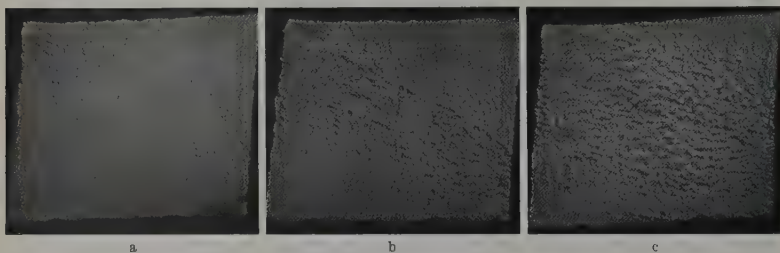


Abb. 8a—c. Eisenschicht (130 Å) auf Formvar aufgedampft nach Gegenfeldern von a - 55 Oe, b - 80 Oe und c - 95 Oe (Feldrichtung: \nearrow)

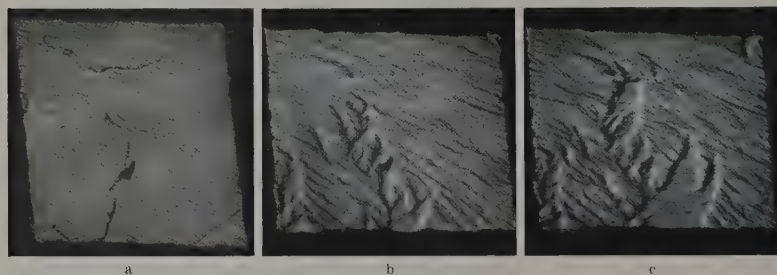


Abb. 9a—c. Eisenschicht (380 Å) auf Formvar aufgedampft bei anliegenden Gegenfeldern von a 0 Oe (Remanenz), b - 37 Oe und c - 39 Oe (Feldrichtung: \nearrow)

Struktur zeigen, die darauf schließen läßt, daß bereits vor der Ummagnetisierung durch Wandern der Bereichsgrenze Drehprozesse stattfinden. Die Bilder in Abb. 9 wurden nicht im remanenten Zustand nach

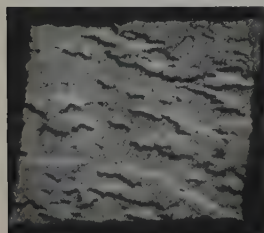


Abb. 10. Eisenschicht (150 Å) auf NaCl (300° C Trägertemperatur) nach einem Gegenfeld (\rightarrow) von - 175 Oe

Anlegen eines Gegenfeldes, sondern unter anliegendem Feld aufgenommen. Bei höheren Aufdampftemperaturen (300° C auf NaCl-Unterlage) werden auch bei dünnen Eisenschichten (150 Å, Abb. 10) größere Ummagnetisierungsbe-

reiche beobachtet und bei dickeren Schichten sind die Grenzen noch

scharfer ausgebildet als in einer gleich dicken Schicht auf ungeheizter Formvarunterlage.

3. Diskussion der Ergebnisse

Die Beobachtung, daß sich in dünnen Schichten trotz der feinkristallinen Struktur Domänengrenzen in im Vergleich zur Kristallitgröße sehr ausgedehnten Dimensionen ausbilden, zeigt, daß es sich bei diesen Grenzen nicht um klassische Blochwände handeln kann, in denen der Magnetisierungsvektor aus einer kristallographischen Vorzugsrichtung in eine andere Vorzugsrichtung dreht. Bei größerer Anisotropie [Spannungsanisotropie bei Ni- (Abb. 4) oder Kristallanisotropie bei Fe-Schichten (Abb. 9)] werden bei An-

legen eines Gegenfeldes die Magnetisierungsvektoren zunächst inhomogen aus der ursprünglichen Feldrichtung herausgedreht, bevor es zu einer Ausbildung größerer ummagnetisierter Bereiche mit scharfer Grenze kommt. Die Ummagnetisierung beginnt dann mit einer inhomogenen Drehung, und schließlich mit einer vollständigen Drehung in

antiparallele Gegenfeldrichtung zur Bildung einzelner Keime.

Dabei ist es durchaus möglich, daß innerhalb einzelner Kristalliten die Ummagnetisierung durch einen reinen Drehprozeß erfolgt, wie es nach den Vorstellungen der Eindomänentheorie zu erwarten ist. Es wurde schon früher (REIMER [2]) der starke Einfluß der Kristallitgröße auf die Koerzitivkraft dadurch deutet, daß die magnetischen Eigenschaften dünner Schichten wesentlich durch das magnetische Verhalten der Einzelkristallite bestimmt werden. Die Ausbildung von Bereichen mit Magnetisierungen parallel und antiparallel zur Feldrichtung ist mit diesen Annahmen durch die Streufeldkopplung zwischen den Einzelkristalliten zu ver-

stehen. Die Bereichsgrenze besteht dann aus einer oder wenigen Kristallitlagen. Da in der Mitte der Grenze die Streufelder der benachbarten Bereiche entgegengesetzt gerichtet sind und dadurch abgeschwächt werden, kann hier die Ummagnetisierung durch einen Drehprozeß im Einzelkristalliten unter der Wirkung des von außen angelegten Feldes ablaufen.

Es gelang die Streufeldkopplung zwischen den Kristalliten auf zwei verschiedenen Wegen aufzuheben. Bei einer Aufheizung der Präparate im Elektronenmikroskop durch eine heizbare Objektpatrone mit dem Ziel, die Temperaturabhängigkeit der Domänenbildung zu verfolgen, wurde die Schicht im relativ schlechten Vakuum des Mikroskopes an den Kristallgrenzen oxidiert. Nach der Abkühlung wurde keine Ausbildung scharfer Domänengrenzen mehr beobachtet, sondern inhomogene, nicht auflösbare Verteilungen der Magnetisierungsrichtungen. Andererseits liefern Schichten, die nach geeigneten Aufdampfbedingungen eine Inselstruktur zeigen, ebenfalls keine ausgedehnten Ummagnetisierungskeime. Die Versuche werden in dieser Richtung weitergeführt, um Aufschlüsse zum Mechanismus der Ummagnetisierung und Keimbildung zu erhalten.

Zusammenfassung

Mit einer elektronenoptischen Schattenabbildung wird die Ausbildung und Bewegung von Domänengrenzen in dünnen Nickel- und Eisenschichten untersucht. Eine spezielle Polschuhordnung gestattet

Während der Beobachtung äußere Magnetfelder in der Schichtebene anzulegen. Bei der Ummagnetisierung wird in vielen Fällen zunächst eine inhomogene Verteilung der Magnetisierungsrichtungen beobachtet, was an einigen Stellen zur Bildung von Bereichen mit antiparalleler Magnetisierung in Feldrichtung führt, die sich dann als Ummagnetisierungskeime ausbreiten können. Es wird eine Modellvorstellung entwickelt, welche den Aufbau der Schichten aus Einzelkristalliten berücksichtigt.

Die Untersuchungen wurden mit einem Siemens-Elmiskop I durchgeführt, welches der Universität Münster von der Deutschen Forschungsgemeinschaft zur Verfügung gestellt wurde.

Literatur: [1] HALE, M.E., H.W. FULLER and H. RUBINSTEIN: J. Appl. Phys. **30**, 789 (1959). — FULLER, H.W., and M.E. HALE: J. Appl. Phys. **31**, 238 (1960). — [2] REIMER, L.: Z. Naturforsch. **11a**, 649 (1956).

Doz. Dr. LUDWIG REIMER,
Physikalisches Institut der Universität Münster/Westf.

Zur Curie-Temperatur dünnster Nickelschichten

VON WOLFGANG HELLENTHAL

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 7. November 1960)

Im Zusammenhang mit der für die Beschreibung des Ferromagnetismus interessanten Frage, wie sich die spontane Magnetisierung und die Curie-Temperatur verändern, wenn man die Ausdehnung ferromagnetischer Bereiche in einer, zwei oder drei Dimensionen sehr klein macht, wurden von zahlreichen Autoren entsprechende Messungen vorgenommen. Dabei wird in vielen Arbeiten an dünnen Schichten (z.B. [1] bis [6]) die Erniedrigung der Curie-Temperatur mit abnehmender Schichtdicke bereits unterhalb von etwa 100 Å angegeben, während kürzlich NEUGEBAUER [7] mitteilte, daß er bei Nickelschichten, die im Ultrahochvakuum hergestellt und gemessen worden waren, keine Abnahme der Curie-Temperatur bis herab zu etwa 30 Å mittlerer Probendicke nicht gefunden habe. In Versuch zur Deutung dieser Diskrepanz soll im folgenden an Hand neuerer Untersuchungen des Verfassers unternommen werden.

Da für einen Vergleich experimenteller Daten und theoretischer Werte für die spontane Magnetisierung dünner Schichten stets eine Angabe über die kristallographische Orientierung der Proben erforderlich ist, wurden Versuche zur Herstellung von sehr dünnen Einkristallschichten aufgenommen. Die Messungen der Curie-Temperaturen dieser Proben erfolgten nach einer schon früher verwendeten Hochfrequenzmethode [8]. Die Ergebnisse sind in Abb. 1 dargestellt.

Bei früheren Messungen (an polykristallinen Schichten) wurde die Abnahme der Curie-Temperatur häufig mit der Theorie von KLEIN und SMITH [9] verglichen, die die Beobachtungen diese zu bestätigen schienen. Neben den Bedenken, die nur in der Nähe der absoluten Sättigung anwendbare Spinwellentheorie zur Ermittlung von Curie-Temperaturen heranzuziehen, ergaben sich auch schon bei Messungen an Proben gleicher Dicke jedoch verschiedener Struktur [10] vom Experiment her weitere Zweifel an der Zulässigkeit eines solchen Vorgehens. Demgegenüber wurde nunmehr der Vergleich mit neu berechneten Werten für spontane Magnetisierung und Curie-Temperaturen nach einer erweiterten Molekularfeldtheorie vorgenommen (z.B. die Kurve in Abb. 1), die im Prinzip der Theorie von VALENTA [11] weitgehend gleicht (letztere ist wiederum ähnlich der Néelschen Theorie des Antiferromagnetismus, deren Untergitter dann die Atomlagen der Schicht bei VALENTA entsprechen).

VALENTA behandelt die dünne Schicht als Gebilde aus n grenzflächenparallelen Atomlagen. Die spontane Magnetisierung in einer solchen Lage ist dann durch das innere molekulare Feld infolge Wechselwirkung mit Nachbarn in derselben und den direkt benachbarten Atomlagen bestimmt. Der Ansatz des Verfassers behandelt lediglich die Gruppe der Innenatome und die Gruppe der Außenatome getrennt und zwar sowohl für Schichten als auch kleine Teilchen.

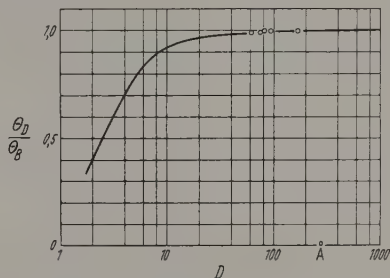


Abb. 1. Meßwerte von Curie-Temperaturen Θ_D an Nickel-Einkristallschichten in (100)-Lage relativ zur Curie-Temperatur des kompakten Materials. Die Kurve gibt den für diesen Fall berechneten Verlauf wieder.

Im Unterschied zur Methode von VALENTA ergibt die Beschränkung auf nur zwei Gleichungen eine wesentlich vereinfachte numerische Auswertung, wobei jedoch die Ergebnisse eine gute Näherung an die vollständige Rechnung darstellen. (Hierauf soll in einer späteren Veröffentlichung noch eingegangen werden.) Die sich im Sinne einer erweiterten Molekularfeldtheorie ergebenden Bestimmungsgleichungen lauten:

$$\left. \begin{aligned} y_i &= L_{\frac{1}{2}} \left(\frac{\Theta_B}{T} \frac{1}{z} (\bar{z}_{ii} y_i + \bar{z}_{ia} y_a) \right), \\ y_a &= L_{\frac{1}{2}} \left(\frac{\Theta_B}{T} \frac{1}{z} (\bar{z}_{ai} y_i + \bar{z}_{aa} y_a) \right). \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

Dabei bedeuten y_i und y_a die relative Magnetisierung der inneren bzw. äußeren Atomgruppe und die \bar{z}_{ii} , \bar{z}_{aa} die mittlere Zahl von besetzten Nachbarplätzen in jeweils derselben, bzw. \bar{z}_{ia} , \bar{z}_{ai} in der jeweils anderen Gruppe, wobei letztere dann auch die Kopplung beider Systeme beschreiben. Θ_B ist die Curie-Temperatur des kompakten Materials und z die Koordinationszahl. $L_{\frac{1}{2}}$ ist die Langevin-Funktion für Spin $\frac{1}{2}$. (Die beim

Vortrag gezeigten theoretischen Kurven der Temperaturabhängigkeit von I_{sp}/I_0 für Ni-(100) und (111)-Schichten sollen im Rahmen einer ausführlichen Arbeit an anderer Stelle veröffentlicht werden.) Aus der linearen Näherung des Gleichungssystems Gl. (1) sind die Curie-Temperaturen in Abb. 1 und Abb. 3 ermittelt. Da im Verlauf früherer Untersuchungen des Verfassers [10] gezeigt worden war, daß für die (damals noch so benannte) „Curie-Temperatur“ dünner polykristalliner Schichten die Teilchengröße eine

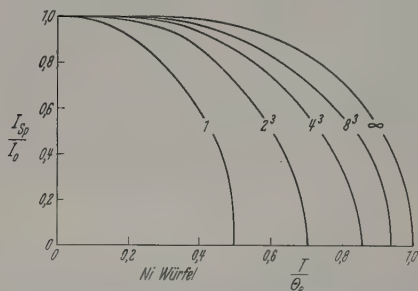


Abb. 2. Berechnete Temperaturabhängigkeit der spontanen Magnetisierung würfelförmiger Nickelteilchen. Als Parameter ist die Zahl der den jeweiligen Würfel aufbauenden Gitter-Elementarzellen angegeben

wesentliche Rolle spielt, wurde zunächst für Nickelteilchen nach der vorstehend angeführten Formel die in Übereinstimmung mit dem Ergebnis der Abb. 1 zu erwartende spontane Magnetisierung berechnet (Abb. 2). Die Ergebnisse liegen in der Größenordnung

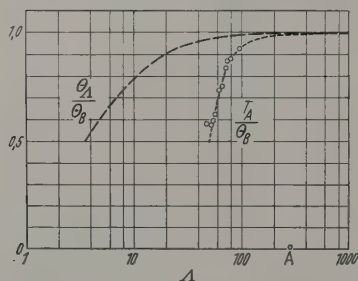


Abb. 3. Größenabhängigkeit der relativen Curie-Temperatur Θ_A/Θ_B für kleine Teilchen (—) und der relativen Anomaliemperatur T_A/Θ_B für ein Kollektiv in Wechselwirkung stehender Teilchen (-----). Die Meßpunkte wurden an Nickelschichten (200° C Trägertemperatur beim Aufdampfen) erhalten

der aus Untersuchungen an kleinen Teilchen geforderten Daten (für Ni vgl. z. B. [12], [13]) und stehen auch im Einklang mit Messungen von NEUGEBAUER [7] an Ultrahochvakuumsschichten. Die Curie-Temperaturen sind jedoch sehr viel höher als den älteren Messungen an dünnen Schichten entspricht.

Diese Diskrepanz, daß einerseits bei dünnen Schichten hohe Curie-Temperaturen vorliegen sollen, andererseits jedoch auch schon bei tieferen Temperaturen ein starker Abfall der Magnetisierung beobachtet wurde, läßt sich nun beheben, wenn man ein durch die Messungen des Verfassers über Zeiteffekte an solchen Proben [14] gestütztes Modell verwendet. Hiernach werden die (älteren) Schichten als Gebilde aus kleinen Teilchen mit großer spontaner Magnetisierung angesehen, die untereinander gekoppelt sind. Ein solches Gebilde in Wechselwirkung stehender Teilchen läßt sich nun wiederum mit dem Formalismus einer ein-

fachen Molekularfeldtheorie behandeln:

$$\frac{\tilde{I}_{sp}}{I_{sp,A}} = L_{\infty}(\alpha) \quad \text{mit} \quad \alpha = \frac{w V I_{sp,A}^2}{kT} \cdot \frac{\tilde{I}_{sp}}{I_{sp,A}} \quad \left\{ \begin{array}{l} \text{(ohne Zusatzfeld)} \end{array} \right.$$

Dabei bedeuten: w = Wechselwirkungskoeffizient, V = Teilchenvolumen, $I_{sp,A}$ = spontane Magnetisierung kubischer Teilchen der Kantenlänge A . Die Ansatz beschreibt nun physikalisch die durch das Kollektivverhalten entstehende Magnetisierung \tilde{I} , die nach Teilchengröße auch bei Temperaturen weit unterhalb Θ_A (C.-T. der einzelnen Teilchen) steil abfällt und dann sehr klein werden kann. Zwischen der Übergangstemperatur (im folgenden als Anomaliemperatur T_A bezeichnet) und Θ_A tritt dann ein kollektiv-quasiparamagnetisches Verhalten auf. Die Temperatur T_A dürfte es wohl sein, die in einigen der früheren Veröffentlichungen als „Curie-Temperatur“ bezeichnet wurde.

In Abb. 3 sind Messungen der Anomaliemperatur T_A an 200° C-Nickelschichten mit den berechneten Werten verglichen. Als Parameter ist die aus Elektroneninterferenzen bestimmte Teilchengröße verwendet. Wie schon früher gezeigt werden konnte [14] ist hierdurch auch eine einheitliche Darstellung von Messungen an Schichten verschiedener Herstellungsbedingungen möglich.

Neben dem vorstehenden Ansatz, der die experimentellen Ergebnisse an Proben polykristalliner Struktur und aus einem Bedampfungsvakuum in der Größenordnung von 10^{-5} Torr annähernd zu beschreiben scheint, wurden auch noch genauere Messungen im Gebiet um T_A und Θ vorgenommen. Hierfür wurde die Empfindlichkeit der schon früher vom Verfasser benutzten Apparatur zur Untersuchung dünnster ferromagnetischer Schichten mittels deren Hochfrequenzpermeabilität erheblich gesteigert. Dabei konnte beobachtet werden, daß nach dem ersten Steilabfall im Gebiet der Anomaliemperatur T_A bei steigender Temperatur das sehr kleine Restsignal in der Nähe der Curie-Temperatur des kompakten Materials nochmals relativ stark zurückgeht. Dies kann nun als Folge des Verschwindens der spontanen Magnetisierung in den einzelnen Teilchen gedeutet werden.

Ausgehend von der hier benutzten Vorstellung über Schichten als Teilchenkollektive mit Wechselwirkung, kann man im Zusammenhang mit Gl. (1) auch zeigen, daß sich die Abnahme der „Sättigungsmagnetisierung“ mit der Schichtdicke (bei konstanter Temperatur), wie sie von zahlreichen Autoren (für Ni z. B. [1], [2], [15] bis [18]) angegeben wurde qualitativ erklären läßt (neben Oxydations- und Legierungseinflüssen, die im Einzelfall noch vorgelegt haben dürften). Hierfür sind dann nur die zu der jeweiligen Temperatur gehörigen \tilde{I}_{sp} -Werte für die verschiedenen Teilchengrößen zusammenzustellen. Somit läßt sich dann auch für diese Messungen bezüglich der primären ferromagnetischen Eigenschaften der scheinbare Widerspruch zu den neuesten Ergebnissen an dünnsten Schichten und den Untersuchungen an kleinen Teilchen deuten.

Zusammenfassung

Für den Vergleich mit Messungen des Verfassers an Nickel-Einkristall-Schichten werden mittels einer erweiterten Molekularfeldtheorie die Temperatur

abhängigkeit der spontanen Magnetisierung für verschiedene Atomlagenzahlen und einige Curie-Temperaturen berechnet. Die analog für kleine Teilchen gemittelten Daten ergeben hohe Werte der vorgenannten Größen, wie sie von anderen Autoren aus Messungen an isolierten Teilchen gefordert wurden. Die Ergebnisse zahlreicher Arbeiten an dünnen Schichten lassen sich im Einklang hiermit deuten, wenn man annimmt, daß die jeweiligen Proben aus Kollektiven in Wechselwirkung stehender Teilchen bestanden haben. Je an solchen Schichten beobachtete starke Abnahme der Magnetisierung bei schon verhältnismäßig niedrigen Temperaturen, die früher als Rückgang der spontanen Magnetisierung gedeutet worden ist, kann in diesem Modell als Folge des Kollektivverhaltens gepackter Bereiche hoher spontaner Magnetisierung erklärt werden, was auch durch direkte Messungen gestützt wird.

Literatur: [1] DRIGO, A.: Nuovo Cim. 8, 498 (1951). — [2] CRITTENDEN jr., E.C., and R.W. HOFFMAN: Rev. Mod. Phys. 25, 310 (1953). — [3] HELLENTHAL, W.: Z. Naturforsch. 13a, 566 (1958). — [4] BAUER, H.J.: Z. Physik 153, 484 (1958). — [5] COLOMBANI, A., G. GOUREAUX u. P. HUET: J. Phys. Radium 20, 303 (1959). — [6] REIMER, L.: Z. Physik 155, 524 (1959). — [7] NEUGEBAUER, C.A.: J. Appl. Phys. 31, 152 S (1960). — [8] HELLENTHAL, W.: Vortrag Physikertag. in Berlin, Sept. 1959. — [9] KLEIN, M.J., and R.S. SMITH: Phys. Rev. 81, 378 (1951). — [10] HELLENTHAL, W.: Phys. Verh. 10, 132 (1959). — [11] VALENTA, L.: Czechosl. J. Phys. 7, 127, 136 (1957). — [12] VOGT, E., W. HENNING u. A. HAHN: Ber. Arbeitsgem. Ferromagnetismus 1958, S. 44 ff. — [13] HAHN, A.: Phys. Verh. 11, 159 (1960). — [14] HELLENTHAL, W.: Naturwissenschaften 47, 371 (1960). — [15] JENSEN, H.H., u. A. NIELSEN: Trans. Dan. Akad. Techn. Vidensk. 2, 3 (1953). — [16] HOFFMAN, R.W., and A.M. EICH: Conf. on Magnetism and Magnetic Materials, Boston 1956. — [17] REIMER, L.: Z. Naturforsch. 12a, 550 (1957). — [18] RUSKE, W.: Ann. Physik (7) 2, 274 (1958).

Dr. WOLFGANG HELLENTHAL,
Physikalisches Institut der Universität Münster (Westf.)

Die magnetischen Eigenschaften dünnster Eisenaufdampfschichten im Vakuum und ihre Änderung beim Luftzutritt

Von HORST HOFFMANN

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 18. Oktober 1960)

1. Einleitung

Zur magnetischen Untersuchung ferromagnetischer Aufdampfschichten wurden früher die Schichten nach ihrer Herstellung stets aus dem Vakuum herausgenommen, ein Verfahren, welches auch heute noch in den meisten Fällen angewandt wird, weil sich die Meßanordnung so bequemer aufbauen läßt. Da sich die magnetischen Eigenschaften nach der ersten Messung über einen längeren Beobachtungszeitraum nicht mehr änderten, glaubte man, daß sich die Schichten gegenüber ihrem Zustand vor dem Luftzutritt wenig oder gar nicht geändert hätten. Die Gültigkeit dieses Schlusses ist bisher im Experiment nicht bewiesen worden und soll deshalb in dieser Arbeit untersucht werden. Es stellt sich somit die Aufgabe, die magnetischen Eigenschaften der Schichten im Aufdampfvakuum zu ermitteln, ihr Verhalten während des Luftzutritts zu beobachten und die Schichten anschließend in Luft zu untersuchen.

gerechter Tangente in die Ordinate $T=0$ einmündet. Der Nernstsche Wärmesatz $(\partial H/\partial T)_{T=0}=0$ wird also nicht erfüllt.

22. Einwände gegen die Theorie von KLEIN und SMITH

221. Der Widerspruch zwischen dem Ergebnis und seinen Voraussetzungen

Die Theorie von KLEIN und SMITH stellt eine Spezialisierung der Blochschen Spinwellentheorie [2] dar, ihr liegen also die gleichen Voraussetzungen zugrunde. Zur Berechnung des mittleren magnetischen Moments eines ferromagnetischen Kristalls müssen dessen Energieeigenwerte berechnet werden. Diese erhält man aus der Schrödinger-Gleichung für den Kristall

$$H\psi = E\psi, \quad (1)$$

welche unter der Beachtung von Randbedingungen zu lösen ist. BLOCH umgeht die Randbedingungen in der bekannten Weise, indem er im Innern der Probe ein Grundgebiet auswählt und den Gesamtkörper durch Aneinanderreihen solcher Grundgebiete aufbaut. An die Stelle der Randbedingungen für den Gesamtkristall tritt die Periodizitätsforderung

$$\psi(\mathbf{r}) = \psi(\mathbf{r} + \mathbf{g})^*. \quad (2)$$

Diese periodischen Randbedingungen sind in Strenge nur für den unendlich ausgedehnten Körper erfüllt. BLOCH erhält auf diese Weise eine Magnetisierung für das Grundgebiet, die unabhängig von seiner speziellen Wahl ist. Auf Grund dieses Ergebnisses darf man die

* \mathbf{g} ist ein Vektor, der die Periode des Grundgebietes wiedergibt. $\mathbf{g} = n\mathbf{g}_1 + m\mathbf{g}_2 + l\mathbf{g}_3$. Die \mathbf{a}_i sind Gittervektoren, g ist die Anzahl der Atome längs der Kante des Grundgebietes; $n, m, l = 0, 1, 2, 3 \dots$

2. Die Theorie von KLEIN und SMITH [1]

21. Kurze Darstellung

Nach der Theorie von KLEIN und SMITH nimmt die Sättigungsmagnetisierung mit abnehmender Schichtdicke ab. Die Dickenabhängigkeit wird durch die Kurve a der Abb. 1 wiedergegeben. Obwohl eine Übereinstimmung von Theorie und Experiment vorliegt, entstanden in letzter Zeit Zweifel an der Gültigkeit dieser Theorie. Unverständlich an ihr war von Anfang an die Aussage, daß die Magnetisierung nicht nur von der Schichtdicke, sondern auch von der Größe der Schichtfläche abhängt und ferner die Tatsache, daß die Kurve, die die Temperaturabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung wiedergibt, nicht mit waa-

Betrachtungen auf den Gesamtkristall ausdehnen und diesen als Grundgebiet ansehen. Dies ist aber nur dann mit hinreichender Näherung gestattet, wenn das von den Randbedingungen beeinflusste Volumen klein gegen das Restvolumen ist. Bei einer solchen Behandlung sind die tatsächlichen Randbedingungen

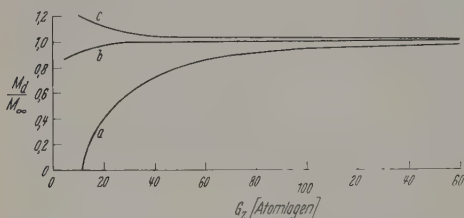


Abb. 1. Die Sättigungsmagnetisierung $M_s(T)/M_\infty(T)$ bei Zimmertemperatur als Funktion der Schichtdicke g_z (in Atomlagen). a Theorie von KLEIN und SMITH; b Korrektur unter Berücksichtigung der Oxydationsschicht. c Modifizierte Theorie.

$$\frac{M_s(T)}{M_\infty(T)} = \frac{M_\infty(0)}{M_\infty(T)} \times \left[1 - \frac{kT}{J} \frac{1}{2\pi g_z} \sum_{p_z=0}^{g_z-1} \ln \left\{ 1 - \left(1 - \frac{J}{kT} \frac{4\pi^2}{g_z^2} \right) e^{-\frac{2J}{kT} \left(1 - \cos \frac{2\pi p_z}{g_z} \right)} \right\} \right]$$

b Korrektur unter Berücksichtigung der Oxydationsschicht. c Modifizierte Theorie.

$$\frac{M_s(T)}{M_\infty(T)} = \frac{M_\infty(0)}{M_\infty(T)} \times \left[1 - \frac{kT}{J} \frac{1}{2\pi g_z} \sum_{p_z=0}^{g_z-1} \ln \left\{ 1 - e^{-\frac{2J}{kT} \left(\frac{2\pi^2}{g_z^2} + 1 - \cos \frac{2\pi p_z}{g_z} \right)} \right\} \right]$$

nicht beachtet und die periodischen (2) verletzt. Die Rechtfertigung, dennoch so vorzugehen, wird erst vom Ergebnis her geliefert.

KLEIN und SMITH wählen analog zum kompakten Material die ganze dünne Schicht als Grundgebiet und wenden darauf die Blochsche Spinwellentheorie

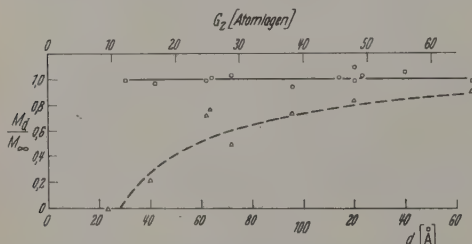


Abb. 2. Die Sättigungsmagnetisierung M_s/M_∞ von Eisenschichten bei Zimmertemperatur als Funktion der Schichtdicke d . $\circ \circ \circ$ Messungen vor dem Luftzutritt. $\triangle \triangle \triangle$ Messungen nach dem Luftzutritt. ---- Verlauf nach der Theorie von KLEIN und SMITH

an. Obwohl dabei die tatsächlichen Randbedingungen unberücksichtigt bleiben, ergibt sich schließlich ein Oberflächeneinfluß, der sich in der Dickenabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung äußert.

Der Grund für diesen Widerspruch ist darin zu suchen, daß KLEIN und SMITH die periodischen Randbedingungen (2), die in Strenge nur für den dreidimensional unendlich ausgedehnten Körper erfüllt sind, als solche Randbedingungen betrachten, die einen Oberflächeneinfluß charakterisieren und so die wahren Randbedingungen ersetzen sollen. Solange nicht die Äquivalenz dieser beiden verschiedenen Randbedingungen nachgewiesen ist, muß diese Methode fragwürdig erscheinen.

222. Auswahl eines anderen Grundgebietes

Es kann gezeigt werden, daß der oben aufgezeigte Widerspruch verschwindet, wenn man die zugrundeliegenden Voraussetzungen beachtet. Da die tatsächlichen, von einem Oberflächeneinfluß herrührenden Randbedingungen unbeachtet bleiben, ist keiner der drei Achsenrichtungen in der dünnen Schicht ausgezeichnet. Man muß deshalb als Grundgebiet einen Würfel, dessen Kantenlänge gleich der Schichtdicke ist, wählen. Für diesen Würfel wird die Magnetisierung nach der gleichen Methode berechnet, die KLEIN und SMITH für die gesamte Schicht als Grundgebiet anwenden. Wir nehmen wie beim kompakten Körper an, daß die Magnetisierung der gesamten Probe dieselbe ist wie die des Grundgebietes.

Die Kurve c der Abb. 1 ergibt sich aus der numerischen Auswertung der modifizierten Klein-Smithschen Gleichung. Bis herab zu Schichtdicken von 30 Atomlagen bleibt nun die Magnetisierung konstant. Der Anstieg der Kurve unterhalb 30 Atomlagen rührt von der Näherung her, die so durchgeführt wurde, daß man wie in der Klein-Smithschen Theorie über zwei Achsenrichtungen integrierte und über die dritte summierte. Diese Auszeichnung einer Würfelkante von den beiden anderen ist natürlich völlig unbegründet. Der Kurvenverlauf soll keine neue Theorie der Dickenabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung wiedergeben. Er soll lediglich zeigen, daß das Ersetzen einer Integration durch eine Summation — ein wesentlicher Punkt der Klein-Smithschen Darstellung — bei unserer mit den Voraussetzungen besser Einklang stehenden Auswahl des Grundgebietes nur einen geringen Einfluß auf das Ergebnis hat. Darüber hinaus verschwindet auch die Abhängigkeit der Magnetisierung von der Schichtfläche und der Nernstsche Wärmesatz wird wieder erfüllt.

Unterhalb einer gewissen Schichtdicke wird sich zweifellos ein Oberflächeneinfluß bemerkbar machen, der als Randbedingung bei der Bestimmung der Energieeigenwerte zu berücksichtigen ist. Diese Dicke ist jedoch nach den Messungen von LUBORSKY [3] sehr klein. LUBORSKY stellte an kleinen Eisenteilchen mit herab zu 30 Å Durchmesser keine Abweichung der Magnetisierung vom Wert des kompakten Materials fest.

3. Umdeutung der bisherigen Experimente

Alle früheren Messungen bestätigten die Theorie von KLEIN und SMITH. Die Schichten wurden dabei an Luft untersucht. Wir nehmen an, daß die Schichten beim Herausnehmen aus dem Vakuum an der Oberfläche oxydierten. Die Dicke der Oxydationsschicht sei im einfachsten Fall unabhängig von der Schichtdicke. Sie muß dann so dick sein wie die Schicht, bei der nach früheren Messungen die Magnetisierung gerade verschwindet. In Abb. 1, Kurve b, sind die früheren Ergebnisse, die durch den Verlauf gegeben sind, korrigiert, indem man von der in Rechnung gestellten Schichtdicke diese Oxydationsdicke abzieht. Es zeigt sich, daß dann die Magnetisierung nahezu unabhängig von der Schichtdicke ist. Durch diese einfache und plausible Annahme, die durch die folgenden Experimente bestätigt wird, ist also der scheinbare Dickeneffekt zu erklären.

4. Ergebnisse

Dickenabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung

Die Eisenschichten wurden in einem Vakuum von 10^{-6} Torr aufgedampft, nachdem die Träger, das Verdampferschiffchen und Verdampfungsmaterial sechs lang zur Reinigung im Vakuum ausgeglüht worden waren. Die magnetische Meßanordnung folgte im Prinzip dem Aufbau von CRITTENDEN und HOFFMANN [4]. Die Messungen wurden im Aufdampfvakuum durchgeführt.

Abb. 2 zeigt die im Vakuum und die nach dem Belüften gefundene Dickenabhängigkeit der Sättigungsmagnetisierung. Aus der ausgezogenen Linie ist zu erkennen, daß die Magnetisierung der Eisenschichten bis herab zu 30 Å Schichtdicke konstant bleibt und die gleiche wie beim kompakten Material ist. Dieses von allen früheren Ergebnissen abweichende Resultat wurde kürzlich von NEUGEBAUER [5] auch an Nickelschichten, die im Höchstvakuum untersucht wurden, gefunden und stimmt mit den theoretischen Aussagen von VALENTA [6] überein. Nach dem Belüften der Vakuumapparatur nahm das magnetische Moment ab und es ergab sich jetzt die von früheren Autoren gefundene Dickenabhängigkeit, die durch die Theorie von KLEIN und SMITH beschrieben werden konnte. Dieses Ergebnis stellt somit eine Bestätigung der vorangegangenen Überlegungen dar. Darüber hinaus konnten wir feststellen, daß selbst in einem Hochvakuum von $2 \cdot 10^{-6}$ Torr die Magnetisierung im Laufe der Zeit exponentiell abnimmt. Die nach 10 min beobachtete Abnahme entspricht dem Auftreten einer 2 bis 3 Atomlagen dicken unmagnetischen Schicht. Beim Belüften der Apparatur erfolgt dann die weitere Annahme der Magnetisierung sehr schnell und ist mit schon abgeschlossen, wenn ein Druck von

10^{-1} Torr erreicht ist. Neben der Sättigungsmagnetisierung ändert sich beim Belüften auch die Koerzitivkraft in erheblichem Maße.

Zusammenfassung

Die Magnetisierung dünner Eisenschichten ist bis herab zu Schichtdicken von 30 Å konstant gleich dem Wert des kompakten Materials. Die von früheren Autoren gefundene Dickenabhängigkeit tritt erst nach dem Luftzutritt auf. Die Koerzitivkraft der Schichten ändert sich dabei ebenfalls. Die Änderungen der magnetischen Eigenschaften sind abgeschlossen, ehe die Apparatur völlig belüftet ist. Aus der Konstanz dieser Eigenschaften über einen großen Beobachtungszeitraum nach dem Luftzutritt darf keineswegs darauf geschlossen werden, daß die unmittelbar nach dem Herausnehmen der Schichten aus dem Vakuum durchgeführten Messungen auch für die reinen Schichten im Vakuum gelten.

Ich möchte nicht versäumen, auch an dieser Stelle Herrn Professor Dr. WALTER ROLLWAGEN für die Aufgabenstellung und die stete Förderung dieser Arbeit zu danken. Herrn Dr. CHRISTOPH SCHWINK gilt mein Dank für anregende und fördernde Diskussionen. Dem Bundesatomministerium danke ich für die finanzielle Unterstützung dieser Arbeit.

Literatur: [1] KLEIN, M. J., and R. S. SMITH: Phys. Rev. **81**, 378 (1951). — [2] BLOCH, W.: Z. Physik **61**, 206 (1930). — [3] LUBORSKY, F. E.: J. Appl. Phys. **29**, 309 (1958). — [4] CRITTENDEN, E. C., and R. W. HOFFMAN: Rev. Mod. Phys. **25**, 310 (1953). — [5] NEUGEBAUER, C. A.: Phys. Rev. **116**, 1441 (1959). — [6] VALENTA, L.: Czech. J. Phys. **7**, 127 (1957).

Dipl.-Phys. HORST HOFFMANN
II. Physikalisches Institut der Universität München

Der Einfluß von lokalen Anisotropieschwankungen auf das magnetische Verhalten von dünnen Ni-Fe-Schichten

Von SIMON MIDDELHOEK

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 26. Oktober 1960)

Einleitung

Bei der Erklärung der Ummagnetisierungsprozesse in dünnen Ni-Fe-Aufdampfschichten mit induzierter einachsiger Anisotropie wurde bisher meistens angenommen, daß die Anisotropieschwankungen zu vernachlässigen sind: An jeder Stelle der Schicht ist die Anisotropieenergie $E_k = K \sin^2(\varphi - \varphi_0)$, wobei K und φ_0 als konstant betrachtet werden.

Von diesem Idealfall müssen Abweichungen vorhanden sein, da sich z. B. die Kristallanisotropie der Kristallite und die lokalen Spannungsanisotropien der induzierten einachsigen Anisotropie überlagern müssen. Diese Anisotropieschwankungen sind klein, wenn die Legierung so gewählt wird (80% Ni und 20% Fe), daß die Kristallanisotropie und die Magnetostruktionskonstante klein sind. Als einfachsten Fall kann man sich vorstellen, daß eine homogene einachsige Anisotropie $E_u = K_u \cdot \sin^2 \varphi$ von im Mittel isotropverteilten

einachsigen Zusatzanisotropien $E_s = K_s \cdot \sin^2(\varphi - \varphi_s)$ überlagert ist. Durch diese Überlagerung treten lokale Schwankungen der resultierenden einachsigen Anisotropie nach Richtung φ_0 und Größe K auf, deren Extremwerte im Fall $K_s < K_u$ gegeben sind durch $\sin 2\varphi_0 = K_s/K_u$; $K = K_u \pm K_s$.

Die Magnetisierung kann sich im allgemeinen nicht in die Richtung des lokalen Energieminimums einstellen, weil Austauschkräfte und magnetostatische Felder dem Auftreten von kurzwelligen Richtungsänderungen der Magnetisierung entgegenwirken [1].

Das hat zur Folge, daß das magnetische Verhalten der dünnen Schichten bestimmt wird durch das Zusammenwirken der lokalen Anisotropieschwankungen und der Kopplung der Magnetisierung in den einzelnen Gebieten.

Bestätigung dieser Annahme wird gefunden in dem Auftreten von „unvollständiger Rotation“, wenn

Schichten durch Felder schräg zur leichten Richtung ummagnetisiert werden [2]. In dieser Arbeit soll das Auftreten von irreversiblen Prozessen in der schweren Richtung, sowie die Abhängigkeit der Koerzitivkraft für Wandverschiebungen von der Anisotropiekonstanten auf die Anisotropieschwankungen zurückgeführt werden.

Ummagnetisierungsprozesse in der schweren Richtung

Die Magnetisierung einer idealen, von Anisotropieschwankungen freien Schicht würde beim Erniedrigen

Legt man während der Abnahme des Feldes in der schweren Richtung ein Zusatzgleichfeld in der leichten Richtung an, dann verändert sich diese Verteilung: gunsten der Richtung, welche mit der Feldrichtung übereinstimmt, man mißt eine Abnahme der Remanenz in der schweren Richtung sowie eine gewisse Magnetisierung in der leichten Richtung. Die Messung dieser transversalen Remanenz als Funktion des Feldes in der leichten Richtung, stellt eine Methode zur Ermittlung der Verteilung der Anisotropierichtung dar.

In Abb. 1 sind einige mit der Bittermethode aufgenommene Domänenbilder mit den dazugehörigen

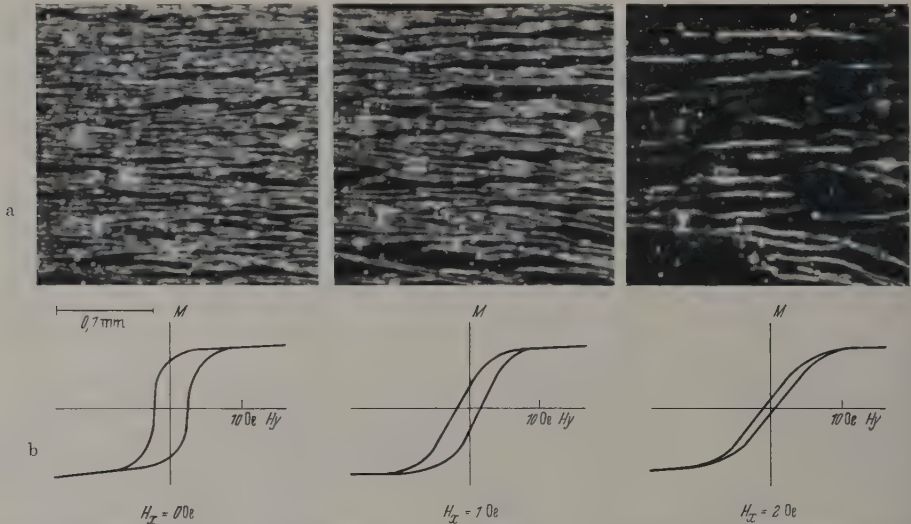


Abb. 1a u. b. Ummagnetisierung einer dünnen Ni-Fe-Schicht ($H_c = 4,5$ Oe, $H_k = 11,0$ Oe, $D = 1650$ Å) in der schweren Richtung in Abhängigkeit von einem kleinen Gleichfeld H_x in der leichten Richtung. a Domänenstruktur; b Hysteresisschleifen

eines Feldes in der schweren Richtung unterhalb der Sättigungsfeldstärke in der ganzen Schicht eine kohärente Links- oder Rechtsdrehung ausführen. In einer realen Schicht dagegen erfolgt wegen der lokalen Schwankungen der leichten Richtung die Magnetisierungsrichtung in der Schicht von Ort zu Ort in verschiedenen Richtungen. Ohne Kopplung zwischen den benachbarten Gebieten würde die Magnetisierung an jedem Ort zur nächstgelegenen leichten Richtung drehen, und die Remanenz in der schweren Richtung würde $M_r = M_s |\sin \varphi_0|$ betragen, wo M_s die Sättigungsmagnetisierung und φ_0 der Winkel zwischen der lokalen und der mittleren leichten Richtung ist.

Als Folge der Streufeld- und Austauschkopplung kann die Magnetisierung sich jedoch nicht überall in die nächstgelegene leichte Richtung drehen, und die Schicht spaltet in längliche Domänen auf, deren Längsachse parallel zur leichten Richtung liegt. Diese Aufspaltung ist verbunden mit einer Remanenz in der schweren Richtung, welche erheblich größer ist, als die Remanenz, welche man ohne Kopplung erhalten würde.

Wenn das Feld genau in der mittleren schweren Richtung angelegt wird, erfolgt die Aufspaltung der Schicht so, daß die Hälfte der Schicht eine Links- die andere Hälfte eine Rechtsdrehung ausführt. Die resultierende Magnetisierung in der leichten Richtung ist null.

Hysteresisschleifen in der schweren Richtung als Funktion des Zusatzgleichfeldes in der leichten Richtung gezeigt. Aus den Bildern geht hervor, daß mit der feinsten Domänenaufspaltung die höchste Remanenz verbunden ist. Zur Beschreibung dieses Zusammenhangs zwischen Remanenz und Aufspaltung nehmen wir an, daß die Feinheit der Aufspaltung, d.h. der Wandabstand L durch die Anisotropieschwankungen bestimmt wird. Der Gleichgewichtszustand der Magnetisierung in der Schicht unter dem Einfluß eines Feldes in der schweren Richtung ergibt sich aus der Forderung, daß die Gesamtenergie ein Minimum annimmt. Für eine einfache Abschätzung der Energie benutzen wir das Domänenkonzept in folgender Form: Die Schicht ist durch Domänenwände der Breite a in Domänen der Breite $L - a$ unterteilt, in denen die Magnetisierung die konstante Richtung φ bzw. $\pi - \varphi$ gegen die mittlere leichte Richtung hat. Die Wandbreite a sowie die spezifische Wandenergie werden als Funktion des Winkels φ und der Schichtdicke D bestimmt. Dabei zeigt sich, daß die Wand immer von Néel-Typ ist, wenn der Winkel φ noch fast $\pi/2$ ist, d.h. die Magnetisierung noch praktisch in der schweren Richtung liegt. Weiter findet man, daß dünnen Schichten bei einem gewissen Winkel ein Übergang vom Néel-Typ zum Bloch-Typ stattfindet. Dieser Übergang verschiebt sich nach kleineren Winkeln für dünnere Schichten, bis schließlich in sehr

denen Schichten bis zum Winkel $\varphi = 0$ der Néel-Typ tritt.

Die Gesamtenergie pro cm^2 Schichtfläche setzt sich zusammen aus dem Beitrag der Domänen und der Wand:

$$= D \left(1 - \frac{\alpha(\varphi)}{L} \right) (K \sin^2 \varphi - MH \sin \varphi) + \frac{D}{L} \gamma(\varphi).$$

Sie hängt nur noch vom Winkel φ ab, so daß sich der Gleichgewichtswinkel φ der Magnetisierung in den Domänen aus der Bedingung $dE/d\varphi = 0$ ergibt.

Berechnet man daraus die mittlere Magnetisierung der Schicht in der schweren Richtung als Funktion der Schichtdicke D , dem Wandabstand L und dem angelegten Feld, dann lassen sich die hohen Remanenzen in der schweren Richtung befriedigend erklären. Auch die öfters beobachteten eingeschnürten Hysteresisschleifen in der schweren Richtung sind mit diesem Modell zu verstehen, wie demnächst an anderer Stelle ausführlich gezeigt werden soll.

Das Auftreten einer Remanenz in der harten Richtung ist immer verbunden mit dem Auftreten eines irreversiblen Sprungs. Dieser Sprung ist, wie aus Bilder (Abb. 2a) hervorgeht, als eine Art Wandbewegung in der harten Richtung aufzufassen. Die Aufspaltung ist nach dem Durchlaufen der Wand viel geringer, so daß der weitere Verlauf der Hysteresisschleife sich mehr der normalen reversiblen Rotation annähert (s. Abb. 2b).

Der Einfluß der Anisotropiekonstante auf die Koerzitivkraft für Wandbewegung

Die Koerzitivkraft für Wandbewegung ist bekanntlich zurückzuführen auf die Ortsabhängigkeit der gesamten Wandenergie. Die Schwankungen der Anisotropiekonstante $\Delta K = K_s - K_u$ führen zu einer Ortsabhängigkeit des Anisotropieanteils der Wandenergie und damit zu einem Koerzitivkraftanteil, der vom Mittelwert der Anisotropiekonstanten unabhängig ist, da die Wandenergie in dünnen Schichten praktisch nicht von der Anisotropiekonstante abhängt. Die Schwankungen der Anisotropieorientierung φ_0 dagegen bewirken zunächst, daß die Magnetisierung nicht überall parallel zur Wand liegt, so daß die Wand nicht so polfrei ist. Diese Richtungsschwankungen erzeugen daher eine Ortsabhängigkeit des Streufeldanteils der Wandenergie. Da die Richtungsschwankungen mit zunehmendem Verhältnis K_s/K_u abnehmen, weil $\sin 2\varphi_0 \propto K_s/K_u$, sollte der durch sie verursachte Koerzitivkraftanteil ebenfalls abnehmen.

Da zur Wandkoerzitivkraft auch andere Mechanismen [3] beitragen und außerdem die Größe der Anisotropieschwankungen schwierig zu bestimmen ist, ist der Vergleich der Koerzitivkräfte verschiedener Schichten auf große Schwierigkeiten. Nur eine Methode, mit welcher man das Verhältnis K_s/K_u an ein und dieselbe Schicht zu variieren vermag, gestattet es zu untersuchen, wie die Anisotropieschwankungen in dünnen Ni-Fe-Schichten wirklich zur Koerzitivkraft beitragen.

Wenn die Legierung der Aufdampfschichten so gewählt wird, daß die Magnetostraktion einen kleinen positiven oder negativen Wert hat, so ist es möglich, durch Anlegen von mechanischen Spannungen in der

leichten oder schweren Richtung der induzierten Anisotropie H_k^0 eine einachsige Spannungsanisotropie H_m zu überlagern. Je nachdem wie die Schicht gebogen wird, kann die Spannungsanisotropie entweder addiert oder subtrahiert werden [4].

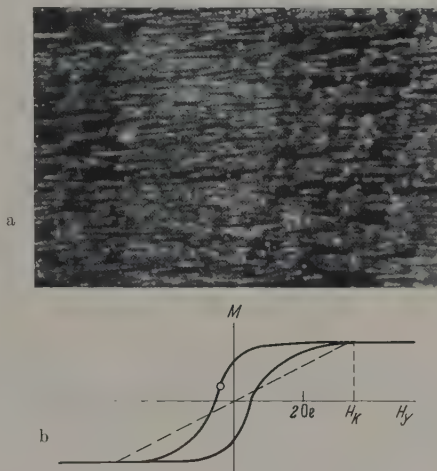


Abb. 2a u. b. Irreversible Prozesse beim Ummagnetisierungsvorgang in der schweren Richtung. Das Domänenbild (a) entspricht dem markierten Punkt in der Hysteresisschleife (b) ($H_c = 1,6$ Oe, $H_k = 3,2$ Oe, $D = 2500$ Å).

In Abb. 3 wird gezeigt, wie sich die Hysteresisschleifen in der schweren und leichten Richtung beim Anlegen einer mechanischen Spannung ändern. Man erkennt, daß bei einem bestimmten Wert der Spannung

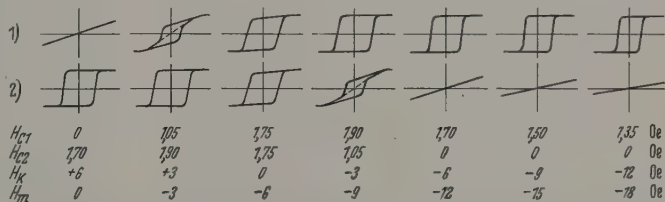


Abb. 3. Hysteresisschleifen einer Ni-Fe-Schicht ($H_c^0 = 1,7$ Oe, $H_k^0 = 6$ Oe, $D = 2000$ Å) in der leichten und der schweren Richtung als Funktion der überlagerten Spannungsanisotropie H_m . $H_k = H_k^0 + H_m$

die Schicht isotropes Verhalten zeigt, und bei weiterer Erhöhung sogar die schwere und leichte Richtung vertauscht sind (negative H_k -Werte).

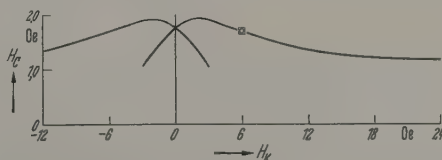


Abb. 4. Die Koerzitivkraft der gleichen Schicht wie in Abb. 3 in der leichten und der schweren Richtung als Funktion der resultierenden Anisotropiefeldstärke H_k . Der spannungsfreie Zustand ist mit □ bezeichnet

Die Gleichheit der Hysteresisschleifen für positive und negative H_k -Werte zeigt, daß das magnetische Verhalten der Schichten unabhängig ist von der Art, wie sich H_k aus den beiden Anteilen zusammensetzt.

In Abb. 4 ist die Koerzitivkraft in der leichten und harten Richtung aufgetragen als Funktion der resultierenden Anisotropiefeldstärke $H_k = H_k^0 + H_m$. Es lassen sich folgende Schlüsse ziehen.

Für große H_k -Werte nimmt die Koerzitivkraft einen konstanten von Null verschiedenen Wert an, welcher entweder durch Schwankungen der Anisotropiekonstanten oder andere Mechanismen, z. B. Dicken-schwankungen [3], verursacht wird. Mit abnehmendem H_k wird das Verhältnis K_s/K_u größer und der von den Richtungsschwankungen herrührende Koerzitivkraftanteil nimmt zu. Ein ähnliches Verhalten stellt PREISACH [5] bei Permalloydrähten unter Zugspannung fest. Bei einem bestimmten H_k erreicht die Koerzitivkraft ein Maximum und bei weiterem Abnehmen der Anisotropiekonstanten setzt wieder eine leichte Abnahme der Koerzitivkraft ein, so daß die Koerzitivkraft der isotropen Schicht ($H_k=0$) einen kleineren Wert hat, als diejenigen einer Schicht mit kleiner einachsiger Anisotropie, was offensichtlich auf einen unterschiedlichen Mechanismus für die Koerzitivkraft in annähernd isotropen Schichten hindeutet.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird der Einfluß der Anisotropieschwankungen auf die Ummagnetisierungsprozesse in der schweren Richtung sowie auf die

Koerzitivkraft für Wandbewegung untersucht. Bei Ummagnetisierungsprozeß in der schweren Richtung bewirken die Anisotropieschwankungen ein Aufspalten der Schicht in viele Domänen. Diese Aufspaltung führt zum Auftreten einer Remanenz und von irreversiblen Prozessen. Zur Wandkoerzitivkraft tragen sowohl Anisotropiekonstanten als die Anisotropierichtungsschwankungen bei. Die Schwankungen der Anisotropiekonstanten erzeugen einen Koerzitivkraftanteil, der vom Wert der mittleren Anisotropiekonstante unabhängig ist. Der durch die Richtungsschwankungen verursachte Koerzitivkraftanteil nimmt mit wachsender Anisotropiekonstante ab.

Herrn Dr. H. THOMAS möchte ich danken für viele anregende Diskussionen.

Literatur: [1] FULLER, H.W., and H.E. HALE: J. Appl. Phys. **31**, 238 (1960). — [2] METHESSEL, S., S. MIDDELHOEK and H. THOMAS: J. Appl. Phys. (Im Druck). — [3] NÉEL, J. Phys. Radium **17**, 250 (1956). — [4] HUMPHREY, F. F. W. REYNOLDS and G.R. STILWELL: Fifth national symposium on vacuum technology San Francisco 1958, S. 204. [5] PREISACH, F.: Phys. Z. **33**, 913 (1932).

S. MIDDELHOEK, IBM Forschungslaboratorium
Adliswil-Zürich

Freie und erzwungene Schwingungen der Magnetisierung in dünnen Permalloy-Schichten

Von PETER WOLF

(Eingegangen am 18. Oktober 1960)

Freie Schwingungen der Magnetisierung konnten in dünnen, magnetisch einachsigen Permalloy-Schichten (80% Ni, 1000 bis 3000 Å dick) angeregt werden. Ein Gleichfeld von maximal 12 Oe in der Schichtebene drehte die Magnetisierung in Feldrichtung. Senkrecht dazu, aber ebenfalls in der Schichtebene wurde dann plötzlich ein Magnetfeld von 1,2 Oe zugeschaltet, das eine Anstiegszeit von weniger als 0,35 nsec hatte. Darauf führte der Magnetisierungsvektor gedämpfte Präzessionsschwingungen aus, die mit einem Impuls-Abtast-Oszillographen (Zeitauflösung 0,35 nsec) nachgewiesen werden konnten. Die Schwingungsfrequenzen, die vom Gleichfeld und von der Orientierung der Anisotropie-Achse abhingen, lagen zwischen 500 und 1000 MHz. Ihre Abklingzeitkonstante stieg mit steigender Frequenz von etwa 0,5 nsec auf etwa 1 nsec an. Zum Vergleich wurde die ferromagnetische Resonanz der Schichten im gleichen Frequenzbereich untersucht. Die gefundenen Resonanzfrequenzen und die Frequenzen der freien

Schwingungen stimmten zufriedenstellend überein. Auch den Dämpfungsfaktor λ der Landau-Lifshitz-Gleichung, sich sowohl aus der Linienbreite der ferromagnetischen Resonanz wie auch aus der Abklingzeit der freien Schwingung bestimmen ließ, ergab sich Übereinstimmung innerhalb der Fehlergrenzen. Der Dämpfungsfaktor λ lag zwischen $1 \cdot 10^{-8}$ sec und $3 \cdot 10^{-8}$ sec $^{-1}$ und nahm mit steigender Frequenz ab.

Zur Analyse der Ergebnisse wurde die Landau-Lifshitz-Gleichung herangezogen. Es zeigte sich, daß die Experimente damit zufriedenstellend beschrieben werden können.

Eine ausführliche Darstellung ist an anderer Stelle erschienen.

Literatur: [1] WOLF, P.: Z. Physik **160**, 310 (1960).

Diplom-Physiker PETER WOLF,
IBM-Forschungslaboratorium Zürich

Temperaturabhängigkeit magnetischer Eigenschaften in dünnen Permalloyschichten

Von ARMIN SEGMÜLLER

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 18. Oktober 1960)

Im Magnetfeld aufgedampfte Permalloyschichten zeigen eine einachsige magnetische Anisotropie [1], die durch Tempern im Magnetfeld ähnlich wie bei Blockmaterial geändert werden kann [2], [3], [4]. Die Kinetik dieser Vorgänge ist jedoch nach den bisherigen Untersuchungen wesentlich verschieden vom Verhalten des Blockmaterials. Die Änderungen der Anisotropie erfolgen nämlich bei tieferen Temperaturen und in kürzeren Zeiten. Die bisher in der Literatur mitgeteil-

ten Ergebnisse erlauben keine Entscheidung darüber, ob diese Abweichungen auf grundsätzlich andere Anisotropiemechanismen in Aufdampfschichten zurückzuführen gehen, oder ob sie allein durch eine veränderte Kinetik erklärt werden können. Es wurde daher versucht, durch sorgfältige Wärmebehandlung von Schichten im Höchstvakuum neue Ergebnisse beizutragen. In Messungen und Wärmebehandlungen im gleichen Vakuumgefäß durchgeführt wurden, war es möglich,

dem Tempverhalten die Temperaturabhängigkeit von magnetischen Eigenschaften zu messen. In der vorliegenden Arbeit wird über die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft für Wandbewegung in der einachsigen Anisotropie sowie über die Kinetik der Magnetfeldtemperung in dünnen Schichten berichtet.

Experimentelle Durchführung

Die Proben werden etwa 2000 Å dick aus einer Ni-Fe-Schmelze in einem Tiegel aus reiner, rekristallisierter Tonerde auf etwa 200–300° warme Unterlagen im Magnetfeld aufgedampft. Unterlagen sind Pyrexglasplättchen sowie Molybdän- und Tantalbleche 50 µ dick. Der Restgasdruck während der Aufdampfung ist etwa 10^{-5} Torr, der Dampfstrahl ist senkrecht zur Unterlage. Die Schichten haben folgende Konstanten: Koerzitivkraft für Wandbewegung $H_c = 2$ Oe; Anisotropiefeldstärke $H_k = 4$ bis 6 Oe; die $M-H$ -Schleife ist in der leichten Richtung gut rechteckig, in der harten Richtung nahezu geschlossen. Nach dem Aufdampfen werden die Schichten in die Vakuumapparatur gebracht, die nach den Prinzipien der Höchstvakuumtechnik aus Pyrexglas aufgebaut ist. Während des Temperns kann ein Vakuum von 10^{-6} bis 10^{-8} Torr aufrecht erhalten werden. Dadurch werden Reaktionen der Schicht mit Restgasen weitgehend vermieden und es wird eine gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse erreicht. Im Zentrum eines mit 50 Hz Wechselstrom gespeisten Helmholtz-Spulenpaares liegt die Schicht unmittelbar über einem Planer, durch das sie von außen mit einer 1000 W Projektionslampe geheizt wird. Schichten auf Glas werden damit etwa 380° C, solche auf Metallblech etwa 600° C, ohne daß andere Teile wesentlich erhitzt werden. Unter der Schicht ist eine Induktionsschleife mit nur einer Windung, deren Induktionsspannung in einem hoch empfindlichen Verstärker [5] verstärkt und integriert wird. Während des Temperns kann die $M-H$ -Schleife in beliebiger Richtung der Schichtebene auf einem Oscillographenleuchtschirm beobachtet werden. H_c wird aus der $M-H$ -Schleife in der leichten Richtung gemessen. H_k wird einmal aus der Anfangsuszeptibilität in der harten Richtung bei geringer Feldsteuerung, außerdem aber auch aus der Flußänderung in einem sehr kleinen Wechselfeld in harter Richtung mit einem dazu senkrechten variablen Wechselfeld [6] gemessen.

Meßergebnisse und Diskussion

1. Die Temperaturabhängigkeit von H_c zeigt Abb. 1. Eine nur unterhalb 400° C behandelte Schicht ist nahezu temperaturunabhängig von R. T. bis 400° C. Einige Minuten oberhalb 400° C ausgelagert, zeigt die Schicht eine starke Temperaturabhängigkeit von H_c und der R. T.-Wert von H_c ist stark gestiegen. Gleichzeitig ist die $M-H$ -Schleife in der harten Richtung stark geöffnet.

Für diese irreversible Änderung von H_c muß eine irreversible Strukturänderung der Schicht verantwortlich sein. Zwei Möglichkeiten werden diskutiert, die für sich und auch zusammen dies bewirken könnten. Die erste beruht auf der Bildung der Überstruktur Ni_3Fe beim Auslagern unterhalb 500° C [7]. Die ungeordnete Phase hat bei unserer Komposition (etwa 76% Ni) eine Nullstelle der Kristallanisotropie,

während die Überstrukturphase hier einen hohen negativen Wert der Kristallanisotropie hat [8]. Die Ausbildung der Überstruktur hat daher eine Erhöhung der Koerzitivkraft zur Folge. Leider ist der direkte Beweis der Ni_3Fe -Überstrukturbildung mit Röntgen- oder Elektronenbeugung in dünnen Schichten kaum möglich. Die zweite Möglichkeit beruht auf einer von HOFFMAN u. Mitarb. [9] beschriebenen Erscheinung. Diese Autoren beobachten beim Tempern von Nickel-Aufdampfschichten bis zu 220° C einen Abbau und dann bei höheren Temperaturen einen Wiederanstieg

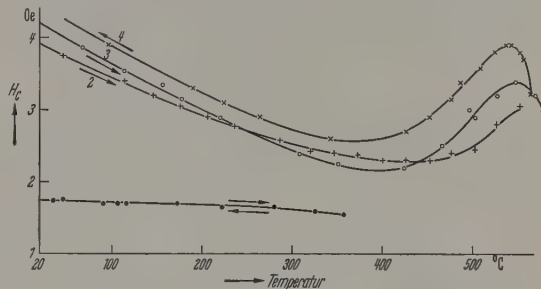


Abb. 1. Koerzitivkraft H_c für Wandbewegungen einer aufgedampften Permalloyschicht 1 nicht erhalten Zustand, 2–5 nach einer Erholung oberhalb 400° C

der Zug-Eigenspannungen in der Schicht. Dieser Anstieg wird auf Leerstellenkondensation und -wanderung zu den Korngrenzen sowie auf das Wandern von Versetzungsringen an die Korngrenzen und das damit verbundene Schrumpfen der Kristallite erklärt. Bei

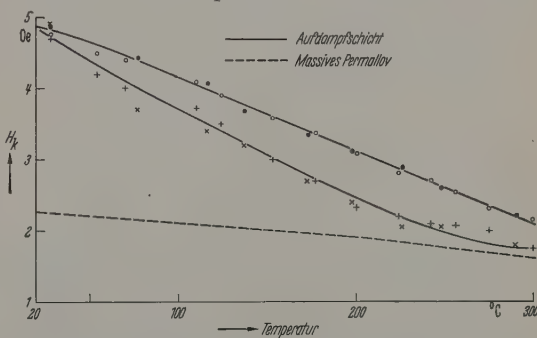


Abb. 2. Anisotropie-Feldstärke H_k einer aufgedampften Permalloyschicht in Abhängigkeit von der Temperatur

diesem Vorgang treten sicher auch inhomogene Spannungen auf, die zur Erhöhung der Koerzitivkraft beitragen.

Das reversibel durchlaufene Maximum der Koerzitivkraft bei etwa 500° C kann auf eine Koexistenz von Bereichen mit und ohne Überstruktur in diesem Gebiet zurückgeführt werden. Wegen der bis zu 90° verschiedenen Curie-Punkte [10] und wegen der verschiedenen Koerzitivkräfte der ungeordneten und geordneten Bereiche liegt ein Gemisch zweier magnetisch verschiedener Phasen vor, für das man auch beim Blockmaterial ein Maximum in der Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft beobachtet [11].

2. Die Anisotropiefeldstärke H_k zeigt bei einer frischen Schicht im Bereich zwischen R. T. und etwa 400° C eine starke, reversible Temperaturabhängigkeit (Abb. 2). Die untere Kurve ist aus der Anfangs-

suszeptibilität bei geringer Aussteuerung gemessen, während die obere Kurve mit der zweiten Methode bestimmt wurde. Der Unterschied zwischen beiden Kurven ergibt sich daraus, daß bei der ersten Methode während der Messung die Magnetisierung aus der Vorzugsrichtung um größere Winkel herausgedreht wird. Dadurch tritt bereits eine Umtemperung ein. Wie Abb. 2 zeigt, ist die von uns gemessene reversible Temperaturabhängigkeit von H_k wesentlich stärker als die von CHIKAZUMI [12] an Blockmaterial bestimmte.

Kühlt man die Schicht ohne Feld ab, so erhält man bei R. T. wieder den Ausgangswert von H_k . Liegt dagegen das Feld in der harten Richtung während der Abkühlung an, so erhält man bei R. T. für

dem Temperaturbereich ändern, in dem Blockmaterial getempert werden kann, und sie ist unabhängig davon, ob während der Abkühlung ein Feld anliegt oder nicht. Wegen der schon erwähnten Öffnung der M - H -Schleife in der harten Richtung läßt sich jetzt allerdings H_k mit den beschriebenen Methoden nicht mehr bestimmen. Dafür wird nun die Differenz der Koerzitivkräfte in harter und leichter Richtung als Maß für die Anisotropieänderung genommen. Abb. 3 zeigt die gute Übereinstimmung der von uns in dünnen Schichten gemessenen Relaxationszeiten mit den Blockmaterial von BOZORTH und DILLINGER [13], CHIKAZUMI [12] und von FERGUSON [16] beobachteten Werten.

Abb. 3 zeigt außerdem die bisher an dünnen Schichten gemessenen Temperzeiten, und deren starke Abweichungen von den Blockmaterialwerten vor der Erholung der Schichten. Es sind nur die bei erhöhter Unterlagertemperatur aufgedampften Schichten zurückgeführt. Bei Zimmertemperatur aufgedampfte Schichten können infolge ihres noch wesentlich höheren Störungsgehaltes bereits bei Zimmertemperatur umtempern [17].

Alle Magnetfeldglühungen dünner Schichten werden bisher nur im Bereich von R. T. bis 300° C durchgeführt. Es ist zwar möglich, zumindest im oberen Teil dieses Bereiches leichte und harte Richtungen zu vertauschen. Man erhält jedoch in der neuen Vorzugsrichtung nur niedrigere Werte der Anisotropie als im Ausgangszustand. Bei niedrigen Temperaturen erfolgt die Umtemperung also nur unvollständig. Nach der Erholung läßt sich dagegen in den meisten Schichten die Anisotropie in beliebiger Richtung vollständig umtempern. In einigen Schichten ist eine zusätzliche Anisotropie vorhanden, die nicht durch Temperaturumtempern im Temperaturbereich geändert werden kann und die auf Schrägbedampfung zurückzuführen ist. Kann man bei solchen Schichten von Temperaturen oberhalb des Curie-Punktes ohne Feld ab, so erhält man diese Anisotropie an Stelle der Isotropie.

Zusammenfassung

Die Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft und der einachsigen Anisotropie wurde untersucht. Irreversible Änderungen der Koerzitivkraft können durch irreversible Strukturänderungen der dünnen Schicht, nämlich durch Ausbildung der Überstruktur Ni_3Fe oder durch die beim Ausheilen von Störstellen durch Schrumpfen der Kristalle auftretenden Spannungen erklärt werden.

Aus der Beobachtung des Temperverhaltens im Magnetfeld ergibt sich, daß die bei dünnen Schichten bisher beobachteten niedrigen Relaxationszeiten durch die Einstellung der einachsigen Anisotropie unmittelbar auf den hohen Störungsgrad der aufgedampften Schicht zurückgeführt werden können, denn nach kurzfristiger Auslagerung oberhalb 400° C zeigt die Schicht dieselben Relaxationszeiten wie das Blockmaterial. Bei nicht erhaltenen Schichten beeinflusst während des Abkühlens in der harten Richtung ein liegendes Magnetfeld den Endwert der Anisotropie. Dieser Effekt ist mit dem breiten Spektrum von Relaxationszeiten in stark gestörtem Schichtmaterial verbunden, und verschwindet mit fortschreitender Erholung.

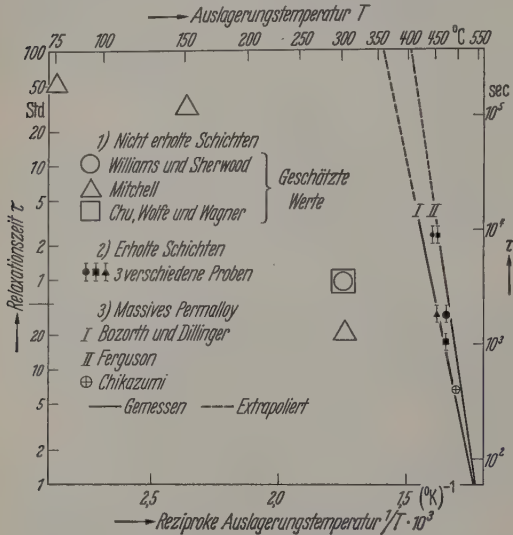


Abb. 3. Kinetik der Magnetfeldtemperung. Relaxationszeiten für dünne Schichten und für massives Permalloy

H_k denselben Wert wie bei der Temperatur, von der aus abgekühlt wurde. Die Abkühlungsgeschwindigkeit ist zwischen 200 und 300° etwa 15° pro Sekunde.

Der nach einer Temperbehandlung und Abkühlung auf Raumtemperatur gemessene H_k -Wert hängt also bei derartigen Aufdampfschichten nicht nur von der Temperbehandlung, sondern in viel stärkerem Maße davon ab, ob während der Abkühlung ein Magnetfeld in der harten Richtung noch anliegt, oder nicht. Dieser Effekt läßt sich darauf zurückführen, daß in solchen Schichten die Kinetik der Anisotropieänderung ein sehr weites Spektrum von Relaxationszeiten hat (bei 300° C etwa $1-10^4$ sec). Dies ist entweder eine Folge des gleichzeitigen Ablaufes verschiedenartiger Anisotropieprozesse (z. B. Störstellenanisotropie neben der Orientierungsanisotropie nach NÉEL [13] und TANIGUCHI [14]) oder geht auf eine starke lokale Schwankung des Störstellengehaltes und damit der Diffusionsgeschwindigkeiten innerhalb der Aufdampfschicht zurück. Die Entscheidung zwischen diesen Deutungen wird erst möglich, wenn genauere Messungen des Spektrums der Relaxationszeiten vorliegen.

3. Das Temperverhalten einer Schicht, die einige Minuten oberhalb 400° C ausgelagert wird, ist völlig geändert. Ihre Anisotropie läßt sich jetzt erst in

Herrn Dr. S. METHFESSEL danke ich für die Anregung und für intensive Diskussion der Arbeit.

Literatur: [1] BLOIS, M.S.: J. Appl. Phys. **26**, 975 (1955). — [2] WILLIAMS, H.J., and R.C. SHERWOOD: J. Appl. Phys. **28**, 548 (1957). — [3] MITCHELL, E.N.: J. Appl. Phys. **29**, 23 (1958). — [4] CHU, W.W.L., J.E. WOLFE and B.C. VENER: J. Appl. Phys. **30**, 272 S. (1959). — [5] OGUEY, H.: Rev. Sci. Instrum. **31**, 701 (1960). — [6] WOLF, P.: Persönliche Mitteilung (unveröffentlicht). — [7] HANSEN, M.: Constitution of binary alloys, S. 677. New York 1958. — [8] BOZORTH, R.M., and J.G. WALKER: Phys. Rev. **89**, 624 (1953). — [9] HOFFMAN, R.W., F.J. ANDERS and E.C. CRITTENDEN jr.: J. Appl. Phys. **24**, 231 (1953). — HOFF-

MAN, R.W., R.D. DANIELS and E.C. CRITTENDEN jr.: Proc. Phys. Soc. Lond. B **67**, 497 (1954). — [10] WAKELIN, R.J., and E.L. YATES: Proc. Phys. Soc. Lond. B **66**, 221 (1953). — [11] BECKER, R., u. W. DOERING: Ferromagnetismus, S. 395 ff. Berlin 1939. — [12] CHIKAZUMI, S.: J. Phys. Soc. Japan **5**, 333 (1950); siehe auch [14]. — [13] NÉEL, L.M.: J. Phys. Radium **15**, 225 (1954). — [14] TANIGUCHI, S.: Sci. Rep. Tohoku Univ. A **7**, 269 (1955). — [15] BOZORTH, R.M., and J.F. DILLINGER: Physics **6**, 285 (1935). — [16] FERGUSON, E.T.: J. Appl. Phys. **29**, 252 (1958). — [17] MÁLEK, Z., E. SCHUEPPEL, O. STEMME u. W. ANDRAE: Ann. Physik (7) **5**, 211 (1960).

Dr. ARMIN SEGMÜLLER, IBM Forschungslaboratorium,
Adliswil-Zürich

Die Ummagnetisierung dünner Nickeleisenschichten in der schweren Richtung

I. Elektronenmikroskopische Beobachtungen zur Domänenentstehung

Von EKKEHARD FUCHS

Mit 9 Textabbildungen

(Eingegangen am 9. November 1960)

Einleitung

Werden Nickeleisenschichten mit uniaxialer magnetischer Anisotropie einem veränderlichen Magnetfeld unterworfen, das genau in der schwer magnetisierbaren Richtung liegt, so zeigen sich unterhalb einer charakteristischen „Anisotropiefeldstärke“ H_k viele sehr schmale Domänen, während für alle anderen Feldstärken die Schicht im Remanenzfall aus einer einzigen Domäne besteht, sofern die Feldstärke vorher genügend hoch war. Diese Aufspaltung in viele schmale Domänen ist erstmals von OLSON und POHM [1] beschrieben worden. Sie führt zu einer Hysterese, die (durch Energiebetrachtungen) für einzelne unabhängige Domänen theoretisch nicht erklärt werden kann.

In Teil II der vorliegenden Arbeit [2] wird die Struktur der Wände zwischen den schmalen Domänen für verschiedene Feldstärken beschrieben und die Hysterese auf magnetische Streufelder zurückgeführt, die von diesen Wänden ausgehen.

Der vorliegende I. Teil der Arbeit befaßt sich mit der Entstehung der schmalen Domänen. Als Untersuchungsmethode wurde die Sichtbarmachung der Domänen im Elektronenmikroskop benutzt, die im Gegensatz zu allen anderen Methoden der Domänenbeobachtung die Richtung der Magnetisierung an jeder Stelle innerhalb der Domänen festzustellen ermöglicht. Sie beruht auf der Ausnutzung der Ablenkung der Lorentz-Kräfte auf die Elektronen im Elektronenmikroskop. Verschiedene Anordnungen wurden von FULLER und HALE [3] und FUCHS [4] bereits beschrieben. Inzwischen ist es durch Einbau des Helmholtz-Spulenpaares in das Elektronenmikroskop möglich geworden, mit definierten Magnetfeldern an der Schicht systematische Untersuchungen anzustellen.

Methode

Eine elektronenmikroskopische Abbildung der magnetischen Bereiche in dünnen Schichten ist bei richtiger Betriebsweise des Elektronenmikroskopes nicht möglich, da der durch die Magnetisierung der

Schicht hervorgerufene Ablenkungswinkel der Elektronenstrahlen kleiner ist als die Objektivaapertura und daher keinen Helligkeitsunterschied in der Bildebene hervorruft. Eine Möglichkeit zur Abbildung der magnetischen Bereiche besteht jedoch darin, daß durch defokussierte Einstellung des Objektivs eine dicht hinter der Schicht liegende Ebene (Abb. 1) abgebildet

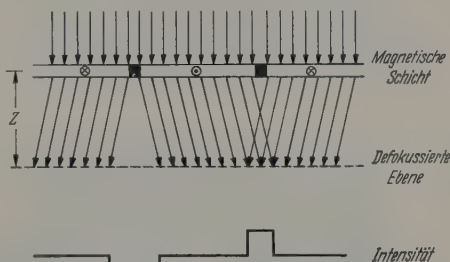


Abb. 1. Elektronenintensität in der defokussierten Ebene

wird [4], [5]. Die dort herrschende Intensitätsverteilung ist modifiziert durch die Magnetisierung der Schicht. Die Grenzen verschiedener magnetisierter Bereiche sind in dieser Ebene infolge der verschiedenen Ablenkung der Elektronenstrahlen durch die Lorentz-Kraft durch erhöhte oder verminderte Elektronenintensität markiert. Bei Einstellung der Abbildungsoptik auf diese Ebene zeichnen sich die Bereichsgrenzen als helle oder dunkle Linien im Bilde ab. Durch die defokussierte Einstellung der Objektivlinse wird das Bild der Schicht unscharf. Wenn man mit einer sehr kleinen Beleuchtungsapertur ($\sim 5 \cdot 10^{-5}$) arbeitet, ist diese Unschärfe jedoch gering. Im defokussierten Bilde können bei einer Defokussierung von $Z = 5$ mm Einzelheiten von etwa $0,5 \mu\text{m}$ Abstand noch getrennt werden.

Als Versuchsapparat dient ein Siemens-Elektronenmikroskop vom Typ UM 100, bei dem die Objektivstufe durch einen Tubus mit Helmholtz-Spulenpaar ersetzt worden ist. Das Objekt befindet sich im homogenen Bereich des Magnetfeldes, das

durch die Helmholtz-Spulen erzeugt wird. Die Spulen sind drehbar angeordnet. Der Abstand des langbrennweitigen Objektivs vom Objekt ist so groß gewählt,

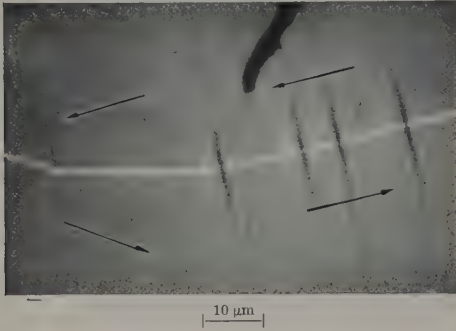


Abb. 2. Elektronenoptische Abbildung einer magnetischen Bereichsgrenze. Mittlere Richtung der Magnetisierung durch Pfeile angedeutet

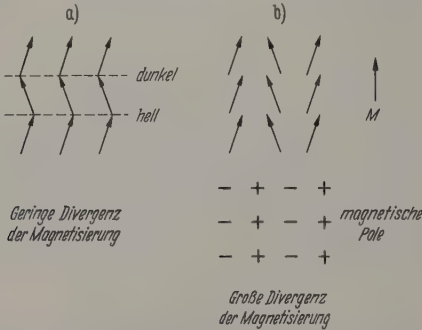


Abb. 3a u. b. Richtungsschwankungen a) längs und b) senkrecht zur mittleren Magnetisierungsrichtung M (schematisch)

daß sein Magnetfeld am Ort der Schicht vernachlässigbar klein ist. Der elektronenoptische Abbildungsmaßstab beträgt bei fokussierter Einstellung des Objektivs etwa 120:1.

Im rechten Bildteil unterscheidet sich die Magnetisierungsrichtung in den beiden Domänen um 18°. Die Wand besitzt hier das auch mit Bitterstreifen beobachtete Stacheldrahtmuster. Durch die Beobachtung, daß die Stacheln an hellen Wänden dunkel erscheinen und umgekehrt, wird das übliche Modell der Stacheldrahtwände gut bestätigt (s. auch Abb. 4).

Innerhalb der Domänen erkennt man eine feine Streifenstruktur. Sie wurde von FULLER und HALE auf kleine Richtungsschwankungen der Magnetisierung zurückgeführt. Der Energieaufwand für Richtungsschwankungen ist am kleinsten, wenn wellenförmige Magnetisierungslinien durch Parallelverschiebung auseinander hervorgehen, so daß benachbarte Magnetisierungslinien sich sozusagen phasengleich krümmen (Abb. 3a). Dadurch wird die Divergenz der Magnetisierung und die damit verbundene Streifenenergie kleingehalten. Wo dagegen nebeneinander liegende Magnetisierungslinien nicht parallel verlaufen (Abb. 3b), entstehen magnetische Ladungen und durch innere Streufelder, die die nebeneinanderliegenden Magnetisierungsvektoren gleichzurichten versuchen, so daß eine Konfiguration wie Abb. 3b energetisch sehr ungünstig ist. So erklärt es sich, daß die beobachtete Streifenstruktur stets senkrecht zur Magnetisierungsrichtung verläuft, wie FULLER und HALE [3] bereits zeigten.

Mit Hilfe der Streifenstruktur ist es möglich, in den Aufnahmen für jede Stelle die makroskopische Magnetisierungsrichtung abzulesen:

Der Magnetisierungsvektor liegt senkrecht zu den Feinstrukturlinien und zwar so, daß die hell erscheinende Wand links und die dunkel erscheinende rechts von ihm liegt.

Die Ursache der Richtungsschwankungen

Die mittlere Periode der beobachteten Richtungsschwankungen liegt in der Größenordnung 1 μm . In der Ursache ist es naheliegend, eine Energie anzunehmen, die sich in vergleichbar kleinen lokalen

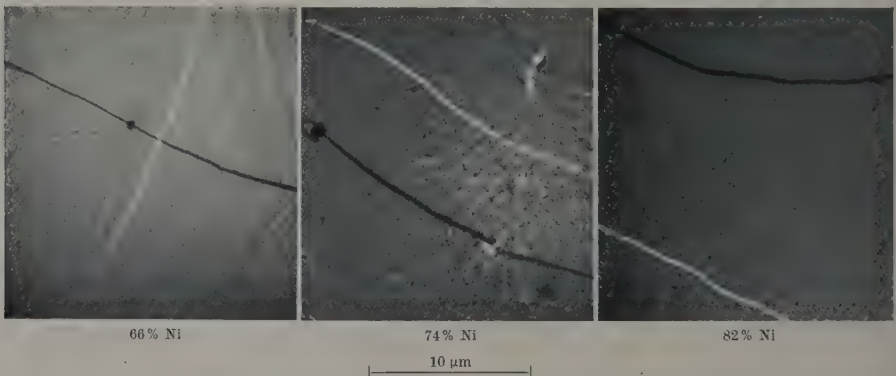


Abb. 4. Magnetische Feinstruktur bei verschiedenen Legierungszusammensetzungen

Eine mit der beschriebenen Anordnung erhaltene elektronenmikroskopische Aufnahme zeigt Abb. 2. Die Bereichsgrenze tritt hier als helle Linie hervor. Aus dem Kontrast (hell und dunkel) einer Bereichsgrenze kann die Richtung der ablenkenden Komponenten des Magnetisierungsvektors zu beiden Seiten der Grenze entnommen werden.

reichen ändert. Als solche kommt die Kristallanistropieenergie in Frage [4]. Die feinkristallinen Aufdampfschichten bestehen aus regellos orientierten Kristalliten, deren Größe je nach Trägertemperatur beim Aufdampfen 50 bis 500 \AA beträgt. Eine experimentelle Prüfung der Vermutung, daß die Kristallanisotropie für die Richtungsschwankungen verant-

wrtlich ist, ist möglich durch Untersuchung des Zusammenhangs zwischen magnetischer Feinstruktur und Legierungszusammensetzung.

Die Kristallanisotropieenergie hängt von der Zusammensetzung ab und geht bei der Zusammensetzung von 74% Ni/26% Fe durch Null [6], [7]. Daß auch die Richtungsschwankungen der Magnetisierung geringe bei dieser Zusammensetzung verschwinden, ist in Abb. 4 gezeigt.

Danach kann man das Zustandekommen der magnetischen Feinstruktur folgendermaßen deuten: Die einzelnen Kristallite besitzen auf Grund der Kristallanisotropieenergie magnetische Vorzugsrichtungen (kristallographisch „leichte“ Richtungen). Diese sind die Kristallachsen in der polykristallinen Schicht

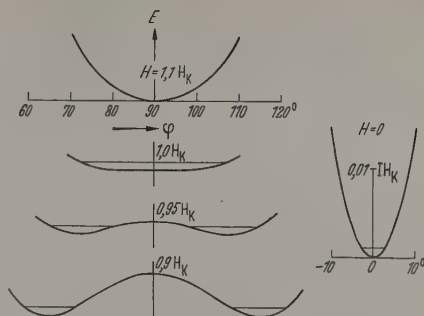


Abb. 5. Energie minima bezüglich Magnetisierungsrotation bei verschiedenen Feldstärken in schwerer Richtung. φ = Winkel zwischen Magnetisierung und leichter Richtung



Abb. 6. $H = 7$ Oe

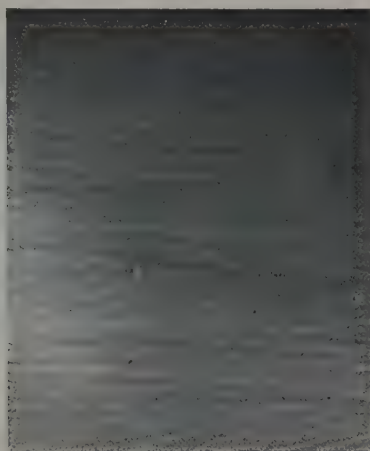


Abb. 7. $H = 6$ Oe



Abb. 8. $H = 5$ Oe

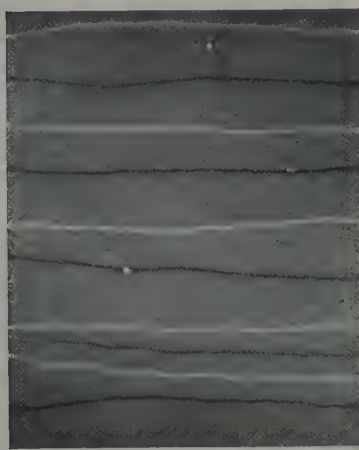


Abb. 9. $H = 4$ Oe

20 μm

Abb. 6—9. Aufspaltung in schmale Domänen bei Feldverkleinerung in schwerer Richtung

mäßig regellos orientiert. Die magnetische Kristallanisotropie überlagert sich an jeder Stelle der uniaxialen Anisotropie, die von der Schichtherstellung im Magnetfeld herrührt. Die resultierende leichte Achse an jeder Stelle ist dadurch einer Streuung unterworfen. Die uniaxiale leichte Richtung wird in

der Verteilung noch mehr oder weniger betont sein (so daß die mittlere Magnetisierungsrichtung durch die Kristallenergie nicht beeinflusst wird).

Die Magnetisierung nimmt nun nicht einfach an jeder Stelle die lokale leichte Richtung ein. Vielmehr mittelt sie wegen der Austauschkopplung, die eine

Art Steifigkeit der Magnetisierung J bewirkt (d.h. die Tendenz hat, $V^2 J$ klein zu halten) und wegen der mit einer Divergenz der Magnetisierung verbundenen Streufelder jeweils über eine große Zahl von Kristalliten, die aber nicht so groß ist, daß nicht noch merkliche Schwankungen übrigblieben.

Dabei stellt die Streufeldenergie eine richtungsabhängige Wechselwirkung dar (Abb. 3). Senkrecht zur mittleren Magnetisierungsrichtung wird über eine größere Zahl von Kristalliten gemittelt als parallel. Dadurch sind längs der Magnetisierungsrichtung größere Richtungsschwankungen möglich als senkrecht zu ihr, wodurch die beobachtete Feinstruktur zustande kommt.

Auch die mittlere, beobachtete Wellenlänge der Magnetisierungsschwankungen dürfte durch diese Mittelung bestimmt sein. Da für kürzerwellige Schwankungen Austauschenergie und Streufeldenergie höher sind, werden solche nur mit kleinerer Amplitude auftreten. Schwankungen mit längerer als der mittleren Periode sind wegen der damit verbundenen Mittelung über eine größere Zahl von Kristalliten unwahrscheinlicher.

Entstehung der Domänen aus den Richtungsschwankungen

Der Zusammenhang zwischen der magnetischen Feinstruktur und der Domänenentstehung bei der Ummagnetisierung kann nun in schwerer Richtung experimentell gezeigt werden.

In Abb. 5 ist die Richtungsabhängigkeit der Magnetisierungsenergie für verschiedene in schwerer Richtung liegende Feldstärken dargestellt. Elektronenmikroskopische Aufnahmen bei dieser Feldanordnung werden in den Abb. 6–9 gezeigt.

Oberhalb der Anisotropiefeldstärke H_k hat die Energie ein Minimum in der schweren Richtung (= Feldrichtung), das mit abnehmender Feldstärke flacher wird. Dementsprechend liegt die Magnetisierung in der schweren Richtung mit einer mittleren Schwankungsamplitude, die mit abnehmender Feldstärke größer wird. Die mittlere Schwankungsamplitude ist in Abb. 5 durch horizontale Strecken schematisch angedeutet und äußert sich in Abb. 6–9 durch den Kontrast und die Unregelmäßigkeit der Feinstrukturlinien. Sie ist bei $H = H_k$ am größten. Abb. 6 ist etwa bei der Anisotropiefeldstärke H_k aufgenommen. Hier ist die Richtungsschwankung so groß, daß sogar die Linienrichtung der Feinstruktur wesentlich von ihr beeinflußt ist. Dabei haben die Linien in senkrecht zur mittleren Magnetisierungsrichtung langgestreckten Zonen eine einheitliche Richtung, weil sonst wieder die Streufeldenergie zu groß würde. Der Übergang einer Richtung zur anderen erfolgt noch nicht an einer scharfen Grenze, sondern allmählich. Noch sind alle Richtungen aus der Nachbarschaft der mittleren Magnetisierungsrichtung vertreten.

Unterhalb H_k entstehen nun aus dem einen flachen Energieminimum zwei getrennte beiderseits der schweren Richtung, die mit abnehmender Feldstärke ausgeprägter werden und auseinander wandern (Abb. 5). Dadurch bricht auch die Streuung der Magnetisierungsrichtung in scharf begrenzte Bereiche verschiedener Magnetisierungsrichtung auseinander. Die in Abb. 8 erkennbaren Domänen sind schon in Abb. 7 vorgebildet, haben aber erst jetzt definierte Grenzen bekommen. Auch die langgestreckte Form der Domänen, deren Grenzen vorwiegend parallel zur leichten Achse liegen, ist bereits bei $H = H_k$ vorgebildet. Bei einer anderen Form wären die Streufelder größer (Abb. 3).

Bei weiterer Feldverkleinerung dreht sich die Magnetisierung der Domänen allmählich auseinander auf die beiden leichten Richtungen zu (Abb. 8 und 9). Die Wände erscheinen immer intensiver. Die Magnetisierungsrichtung in den Domänen wird in zunehmendem Maße durch die Streufelder mitbestimmt, die von den Wänden ausgehen [2], wodurch schließlich die in Teil I beschriebene Richtungsverteilung beim Feld Null entsteht (s. dort Abb. 8).

Zusammenfassung

Die im Elektronenmikroskop an NiFe-Schichten beobachteten Richtungsschwankungen der Magnetisierung (FULLER und HALE 1960) verschwinden bei einem Nickelgehalt von 74%, so daß die Kristallanisotropie dafür verantwortlich gemacht werden kann. Die Richtungsschwankungen äußern sich in einer Streifenstruktur der Aufnahmen, welche dazu benutzt werden kann, die Richtung des Magnetisierungsvektors innerhalb der Domänen zu bestimmen.

Durch Einbau eines Helmholtz-Spulenpaares das Elektronenmikroskop ist es möglich, den Verlauf der Magnetisierung in Abhängigkeit vom äußeren Felde zu verfolgen. Die elektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen, wie die Aufspaltung in vier schmale Domänen nach Magnetisierung in schwerer Richtung bei Schichten mit uniaxialer Anisotropie (OLSON und POHM 1958) aus der Streifenstruktur hervorgeht.

Herrn Dr. E. FELDTEKLER danke ich sehr für eine regende Diskussion.

Literatur: [1] OLSON, C.D., and A.W. POHM: J. Appl. Phys. **29**, 274 (1958). — [2] FELDTEKLER, E.: Z. angew. Phys. **13**, 161 (1961). — [3] FULLER, H.W., and M.E. HALE: Appl. Phys. **31**, 238 (1960). — [4] FUCHS, E.: Naturwissenschaften **47**, 392 (1960). — [5] BOERSCH, H., H. RAITH, D. WOHLLEBEN: Z. Physik **159**, 388 (1960). — [6] BOYD, E.I. IBM-J. **4**, 116 (1960). — [7] BOZORTH, R.M., and J.G. WALKER: Phys. Rev. **89**, 624 (1953).

EKKEHARD FUCHS,

Forschungslaboratorium der Siemens & Halske AG,
München

Die Ummagnetisierung anisotroper Nickeleisenschichten in der schweren Richtung

II. Hysterese und Domänenverhalten*

Von ERNST FELDTKELLER

Mit 8 Textabbildungen

(Eingegangen am 24. September 1960)

1. Einleitung

In Nickel-Eisen-Schichten von etwa 500 Å Dicke ist die Entmagnetisierung in der Schichtebene so klein, daß die Schicht im allgemeinen eine einzige Domäne darstellt und sich Bloch-Wände nur bei bestimmten Ummagnetisierungsprozessen vorübergehend bilden.

Man kann in solchen Schichten eine uniaxiale Anisotropie erzeugen, indem man sie im Magnetfeld herstellt oder tempert. Die Schichten erhalten dadurch eine magnetische Vorzugsachse, in die sich der Magnetisierungsvektor hineindreht, wenn kein Feld auf ihn wirkt. Diese Vorzugsachse wird meist „leichte Achse“, die Senkrechte dazu in der Schichtebene die „schwere Achse“ genannt. Bei Nickel-Eisen-Schichten mit etwa 50% Nickelgehalt sind die magnetische Kristallanisotropie- und die Spannungsanisotropieenergie so klein, daß man sie bei den vorkommenden Spannungen und Kristallitgrößen neben der uniaxialen Anisotropie meist vernachlässigen kann.

Bei Eindomänenschichten mit uniaxialer Anisotropie lassen sich die bei einem bestimmten Magnetfeld erhältlichen Magnetisierungsrichtungen besonders einfach berechnen. BRADLEY und PRUTTON [1] haben die Übereinstimmung von theoretischer und experimenteller Hysteresekurve für viele Feldrichtungen gezeigt. Die wesentliche Abweichung tritt nur auf, wenn die Richtung des angelegten Wechselfeldes gerade mit der schweren Achse übereinstimmt. Die dabei beobachtete Hysterese haben OLSON und POHM [2] und SMITH [5] mit der Entstehung vieler schmaler Domänen in Zusammenhang gebracht. Eine wirkliche Erklärung der Hysterese ist jedoch bisher auf Schwierigkeiten gestoßen.

Im folgenden werden die Hysterese und das Domänenverhalten für die Ummagnetisierung in schwerer Richtung näher beschrieben und der kausale Zusammenhang gezeigt.

2. Die Domänenaufspaltung

Wird an eine Nickel-Eisen-Schicht mit uniaxialer Anisotropie ein Magnetfeld in der schweren Achse angelegt und langsam verkleinert, so dreht sich unterhalb der Anisotropiefeldstärke H_k der Magnetisierungsvektor allmählich von der schweren Richtung in eine leichte Richtung. In welche der beiden Richtungen er sich dreht, ist bei genauer Übereinstimmung von Feldrichtung und schwerer Richtung dem Zufall überlassen. Experimentell beobachtet man in diesem Falle die oben erwähnten schmalen Domänen, deren Magnetisierungsvektoren sich in die einander entgegengesetzten leichten Richtungen drehen. Die Breite dieser Domänen streut sowohl innerhalb einer Schicht, als auch von Schicht zu Schicht, und liegt zwischen 5 und 50 μ ,

wie die mit der Bitter-Technik gewonnene Abb. 1 zeigt. Die Wände zwischen den Domänen liegen vorwiegend in der leichten Richtung.

Diese feine Domänenaufspaltung scheint aus den mikroskopischen Richtungsschwankungen der Magnetisierung hervorzugehen, die FULLER und HALE [3]

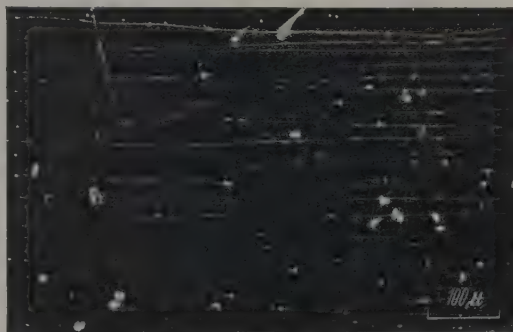


Abb. 1. Bitter-Streifen an einer Nickel-Eisen-Schicht beim Feld $H = 0$ nach Magnetisierung in schwerer Richtung. Leichte Richtung horizontal

und FUCHS [4] elektronenmikroskopisch sichtbar machen konnten. Der Zusammenhang zwischen der Domänenaufspaltung und diesen Richtungsschwankungen wurde von FUCHS in Teil I (S. 157) behandelt. Dort wird auch die Form und Orientierung der Domänen näher erklärt.

3. Die 50 Hz-Hysterese

Für eine einzige oder mehrere unabhängige Domänen sollte nach der Theorie die Ummagnetisierungskurve in der schweren Richtung zwischen $H = -H_k$

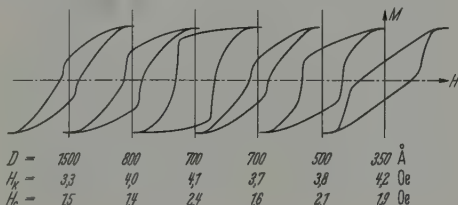


Abb. 2. Hystereseschleifen einiger Nickel-Eisen-Schichten in der schweren Richtung, gemessen mit 50 Hz. D Schichtdicke, H_k Anisotropiefeldstärke, H_c statische Wandkoerzitivkraft in der leichten Richtung

und $+H_k$ eine Gerade darstellen, die bei $H = 0$ durch $M = 0$ läuft (H = Feldstärke, H_k = Anisotropiefeldstärke, M = Magnetisierungskomponente in Feldrichtung). Die Ummagnetisierung sollte also hysteresefrei erfolgen. Einige Beispiele für experimentell erhaltene Ummagnetisierungskurven in der schweren Richtung zeigt Abb. 2. Die Sprünge in der Hystereseschleife sind im Schichtdickenbereich zwischen 300 und 1500 Å

* In Teil I hat E. FUCHS über elektronenmikroskopische Beobachtungen zur Domänenentstehung berichtet.

an allen Schichten deutlich zu beobachten. Die Sprungfeldstärke steigt mit abnehmender Schichtdicke und mit zunehmender Wandkoerzitivkraft in der

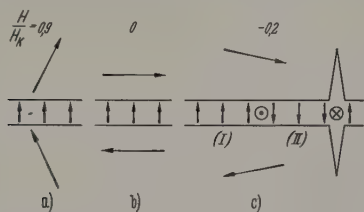


Abb. 3. Die Magnetisierungsrichtung in den Néel-Wänden bei Ummagnetisierung in der schweren Richtung, schematisiert

leichten Richtung. Oberhalb 1000 Å beträgt sie z. B. 0,2 Oe für $H_c = 1,5$ Oe. Bei 300 Å Schichtdicke stimmt die Sprungfeldstärke mit H_c überein. Bei

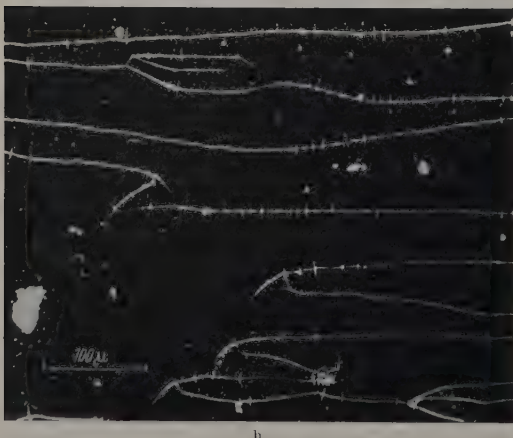
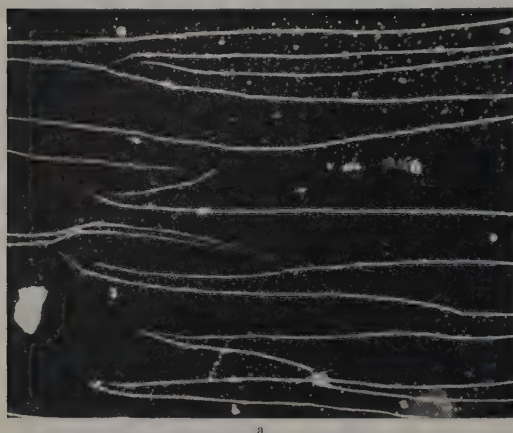


Abb. 4a u. b. Bitter-Streifen an einer 700 Å dicken Nickel-Eisen-Schicht nach Magnetisierung in schwerer Richtung. Leichte Richtung horizontal. a Feldstärke $H = 0$, b $H = 1$ Oe in der entgegengesetzten schweren Richtung. Der Sprung in der Hysterese liegt zwischen beiden Aufnahmen

dünnere Schichten ist kein Sprung in der schweren Richtung zu beobachten. Dickere Schichten als 1500 Å wurden nicht untersucht.

Die Schichten wurden im Vakuum von 10^{-6} Torr aus einem Al_2O_3 -Tiegel auf ein vorher gereinigtes und bei 450° C ausgeheiztes mikroskopisches Deckgläschen

bei 300° C aufgedampft. Ihr Nickelgehalt liegt zwischen 80 und 81,5%. Er wurde mittels Röntgenfluoreszenz bestimmt. Die Sättigungsmagnetostrikte wurde durch Verbiegen des Trägerplättchens in Hysteresemeßanordnung bestimmt. Sie ist kleiner $2 \cdot 10^{-6}$.

Die Sprünge in der Hystereseschleife treten immer unter denselben Bedingungen auf wie die in Abschnitt 3 besprochene feine Domänenaufspaltung, nämlich: immer, nachdem die Feldstärke eine in schwerer Richtung liegende Spitze der Astroide¹ von außen nach innen durchlaufen hat.

Dies geschieht z. B. bei einem Wechselfeld gerichtet in schwerer Richtung mit einer Amplitude $> H_k$, oder in einem Zweig der Ummagnetisierungskurve auch in einem kleinen Gleichfeld (z. B. 0,1 Oe) in leichter Richtung und einem Wechselfeld, das um einen entsprechenden kleinen Winkel gegen die schwere Richtung gedreht ist.

Dagegen werden die Domänenaufspaltung und die Sprünge in der Hysterese unterdrückt, wenn das Wechselfeld in der schweren Richtung ein kleines Gleichfeld in der leichten Richtung überlagert ist, oder wenn ohne Gleichfeld das Wechselfeld aus dem Streubereich der schweren Richtung herausgedreht ist. (Die Streuung der Anisotropierichtung kann auf diese Weise bestimmt werden [7].) Außerdem zeigen Schichten mit sehr feiner Domänenaufspaltung besonders große Sprünge in der Hysterese und umgekehrt. Die Ummagnetisierungssprünge und die Domänenaufspaltung scheinen also in ursächlichem Zusammenhang zu stehen.

4. Die Struktur der Domänenwände bei der Ummagnetisierung in schwerer Richtung

Die Hysterese ließe sich erklären durch die Annahme eines Kopplungsmechanismus zwischen den entgegengesetzt Richtung drehenden Domänen [1]. Zur Erklärung einer solchen Kopplung denkt man zunächst an magnetische Streufelder, die von einer magnetischen Aufladung der Domänen-Enden herrühren. Eine Berechnung dieser Streufelder zeigt jedoch, daß sie in der Ummagnetisierungskurve nur eine scheinbare Verkleinerung der Anisotropiefeldstärke H_k bewirken. Diese scheinbare Verkleinerung von H_k durch die Domänenaufspaltung läßt sich tatsächlich feststellen. Die Ummagnetisierung setzt im Falle der Aufspaltung bei einer etwas kleineren Feldstärke ein. Deshalb muß man bei der Messung von H_k die Domänenaufspaltung vermeiden.

Dagegen gelingt die Erklärung der Hysterese mit Hilfe der Magnetisierung in den Wänden selbst und der dadurch bewirkten Streufelder. Wir wollen deshalb zunächst die Struktur der Domänenwände und ihre Abhängigkeit vom angelegten Magnetfeld betrachten.

Nachdem das Feld ein wenig unter H_k verkleinert ist, haben die Wände zunächst nur einen kleinen Winkel zwischen den Magnetisierungsrichtungen der Domänen zu überbrücken. Wir haben hier sicher rein

¹ Die kritische Feldstärke für irreversible Drehprozesse. Abhängigkeit von der Feldrichtung hat die Form einer Astroide. Sie läßt sich aus Gleichgewichtsbetrachtungen zwischen Feldenergie und uniaxialer Anisotropie berechnen. Ihre Spitze liegt auf der schweren und leichten Achse bei der Feldstärke H_k [5, 6].

Wände¹ auch in einem Schichtdickenbereich, in dem die 180°-Wände aus Bloch- und Néel-Anteilen bestehen und das Stacheldrahtmuster¹ zeigen (Abb. 3a). Durch Beobachtung der Bitter-Streifen kann nun gezeigt werden, daß diese Wandstruktur sich bei Vergrößerung des Feldes erhält und auch beim Felde Null noch vorliegt. Die Wände in Abb. 4a zeigen kein Stacheldrahtmuster, obwohl dieses bei der Schichtdicke von 700 Å zu erwarten wäre. Wir haben also hier noch eine reine Néel-Wand mit einheitlicher Magnetisierungsrichtung, die durch die Vorgeschichte bedingt ist (Abb. 3b).

Bei einem Feld in entgegengesetzter Richtung wird diese Struktur hinsichtlich Feldenergie und Austauschenergie immer ungünstiger, so daß jetzt Wandbereiche mit umgekehrter Magnetisierungsrichtung entstehen (Abb. 3c). Dies äußert sich experimentell durch das Stacheldrahtmuster an den Bitter-Streifen. In Abb. 4b wurde bei einem Gegenfeld von 1 Oe zeitlich kurz nach Abb. 4a an derselben Stelle aufgenommen. Der Verlauf der Magnetisierung über die Wand hinweg für die beiden Wandarten (I und II von Abb. 3c) in Abb. 5 schematisch dargestellt.

Wir haben hier offensichtlich ein Analogon zu den beiden stabilen Domänenarten bei der Ummagnetisierung in der leichten Richtung. Dort wachsen bei der Koerzitivkraft H_c Keime der energetisch günstigeren Domänenart auf Kosten der ungünstigeren durch Wandwanderung, so daß bei dieser Feldstärke H_c ein Umkehrpunkt in der Ummagnetisierungskurve entsteht; hier scheinen ebenfalls bei einer charakteristischen Feldstärke Keime der energetisch günstigeren Wandart zu entstehen und zu wachsen durch Wanderung der eindimensionalen Bloch-Linien [10], die die verschiedenen Wandbereiche trennen.

SHTRIKMAN und TREVES [12] haben darauf hingewiesen, daß es für die Bildung von Bloch-Linien eine Energieschwelle geben muß. Diese Energieschwelle ist der Grund dafür, daß sich die Bloch-Linien und damit das Stacheldrahtmuster erst bei einem bestimmten Gegenfeld bilden.

Bei einem Feld in der neuen schweren Richtung verkürzen sich außerdem die Wände zum Teil durch Markhausen-Sprünge an den Domänenenden, wodurch die mittlere Domänenbreite zunimmt (vgl. Abb. 4a und b). Bei manchen Schichten scheint dieser Prozeß vorzuherrschen, so daß man bei der Ummagnetisierung in der schweren Richtung gar kein Stacheldrahtmuster beobachtet.

5. Erklärung der Hysterese auf Grund der Wandstruktur

Zur theoretischen Ermittlung einer Hysterese muß man die in der Feldrichtung (schweren Richtung) liegende Magnetisierungskomponente über alle Stellen der Schicht aufsummieren und in Abhängigkeit von der Feldstärke auftragen.

Die geschilderte Wandstruktur bewirkt so eine Hysterese, die in Abb. 6 unter Vernachlässigung der

entmagnetisierenden Felder berechnet ist. Man erhält für jedes Verhältnis Wandabstand b zu Wanddicke a zwei getrennte Zweige, entsprechend den zwei entgegengesetzten Magnetisierungsrichtungen in der Wand. Der Übergang von einem Zweig zum anderen ist in Abb. 6 durch Pfeile angedeutet. Berücksichtigt man das entmagnetisierende Feld der Wände nur durch Einsetzen einer geringeren Wanddicke in Abb. 6 (von z.B. $0,2\mu$ [10]), so erhält man einen so geringen Flächenanteil der Wände an der Schicht, daß die Magnetisierung in den Wänden nur eine sehr schmale Hysterese bewirkt, d.h. zur Erklärung der beobachteten Hysterese bei weitem nicht ausreicht.

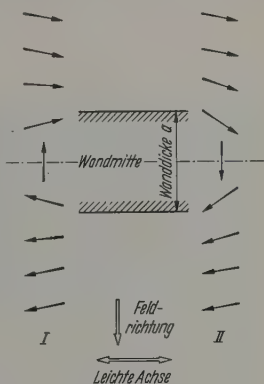


Abb. 5. Magnetisierungsrichtung in Abhängigkeit vom Ort in der Néel-Wand bei einer Feldstärke von $0,2 H_K$ nach unten (vgl. Abb. 3c). Die Konfiguration I geht direkt aus der einheitlichen Magnetisierung nach oben durch Ummagnetisierung hervor, ist aber energetisch ungünstiger als die Konfiguration II. Entmagnetisierende Felder nicht berücksichtigt

Das entmagnetisierende Feld in der Wand rührt von einer dipolartigen magnetischen Aufladung der

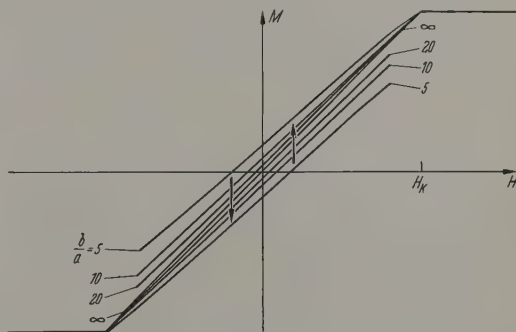


Abb. 6. Theoretische Ummagnetisierungskurve in schwerer Richtung bei Berücksichtigung der Magnetisierung in den Néel-Wänden, jedoch nicht der von ihr ausgehenden Streufelder. a Wanddicke; b Domänenbreite

Wand her, die mit der von Null verschiedenen Divergenz der Magnetisierung zu beiden Seiten der Wand zusammenhängt. Dies ist in Abb. 7 schematisch dargestellt. Die Aufladung verursacht nun auch in die

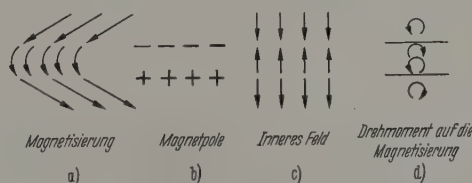


Abb. 7 a—d. Zur Entstehung der magnetischen Streufelder an einer Néel-Wand

¹ In der „Néel-Wand“, die wegen der Entmagnetisierung senkrecht zur Schichtebene in dünnen Schichten unterhalb von 100 Å stabil ist, liegt die Magnetisierung in der Schichtebene, im Gegensatz zur üblichen Blochwand, in der die Magnetisierung in der Wandebene liegt. Im Schichtdickenbereich von 100 bis 800 Å kommen beide Wandarten nebeneinander vor und bilden das sog. Stacheldrahtmuster [9 bis 11].

angrenzenden Domänen hinein magnetische Streufelder, die dort ein Drehmoment auf die Magnetisierungsvektoren ausüben (Abb. 7c und d). Durch die resultierende Magnetisierungsrotation rückt ein Teil

der magnetischen Ladung weiter in die Domänen hinein. Dadurch wirken sich die Streufelder bis weit in die Domänen hinein aus.

Die experimentelle Bestätigung ist in Abb. 8a zu sehen. Sie wurde von FUCHS nach dem von ihm beschriebenen Verfahren [4] im Elektronenmikroskop

ihr Vorzeichen ändern. Zweitens nähert sich mit Domänenvergrößerung durch Barkhausen-Sprünge die Kurve der hysteresefreien Ummagnetisierungskurve. Dementsprechend liegt für die in Abb. 8 dargestellte Schicht die Sprungfeldstärke zwischen beiden Aufnahmen.

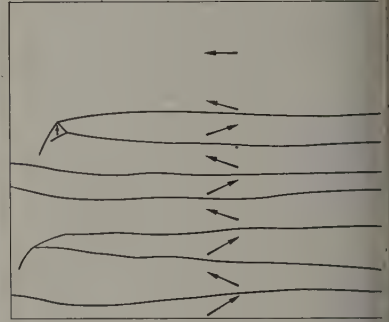
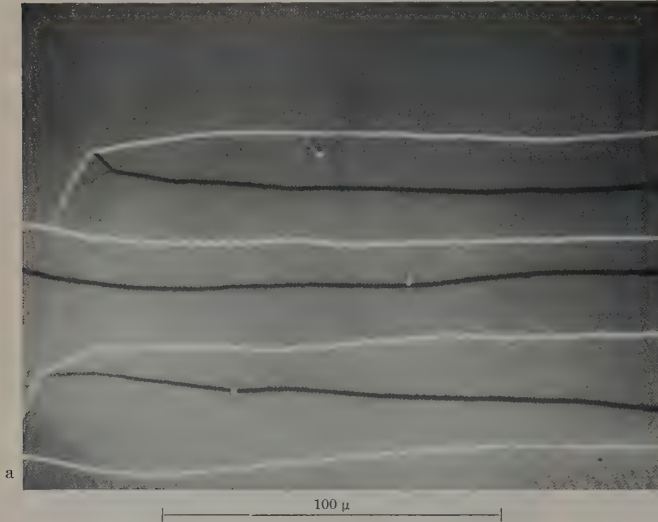


Abb. 8. a Elektronenmikroskopische Abbildung der magnetischen Feinstruktur einer Nickel-Eisen-Schicht beim Feld Null nach Magnetisierung in der schweren Richtung. b Daraus ermittelte Magnetisierungsrichtung in den Domänen

aufgenommen. Die kräftigen hellen und dunklen Linien geben die Domänenwände wieder. Die hellen Punkte sind Löcher in der SiO-Trägerfolie. Die feine Schraffur in den Domänen rührt her von den in Abschnitt 2 erwähnten Richtungsschwankungen. Darauf ist in Teil I dieser Arbeit eingegangen worden. Der Magnetisierungsvektor ist für jede Stelle aus dem Bild abzulesen: Er liegt senkrecht zur Schraffur [3], und zwar so, daß die benachbarte hellerscheinende Wand links und die benachbarte dunklerscheinende Wand rechts von ihm liegt (Abb. 8b). Die leichte Richtung liegt in Abb. 8 horizontal. Das Bild ist bei der äußeren Feldstärke Null aufgenommen. Man sieht, daß die Magnetisierung nur in den Teilen des Bildes, die weit von Wänden entfernt sind, in der leichten Richtung liegt. (Es wurde absichtlich ein Bild mit einer solchen Stelle ausgewählt zum Beweis, daß kein äußeres Feld mehr in der schweren Richtung liegt.) In der Nähe der Wände dagegen bildet die Magnetisierung noch einen Winkel mit der leichten Richtung, der vom Abstand von der Wand abhängt (d.h. für die Domänenmitte von der Domänenbreite).

Damit läßt sich die Hysteresis auf den Einfluß der Wände zurückführen.

Die Sprünge in der Hysteresis lassen sich erstens dadurch erklären, daß mit der Umkehr der Magnetisierungsrichtung in den Wänden auch die Streufelder

Zusammenfassung

Für die Ummagnetisierung dünner anisotroper Nickel-Eisen-Schichten in der schweren Richtung ergibt sich theoretisch unter der Annahme voneinander unabhängiger Domänen eine lineare reversible Ummagnetisierungskurve. Experimentell beobachtet man statt dessen eine Hystereseschleife mit charakteristischen Sprüngen. Eine Erklärung dieser Hysteresis und ihrer Form gelingt mit Hilfe der vielen gleichsinnig magnetisierten Néel-Wände, die in diesem Falle entstehen, und der von ihnen ausgehenden Streufelder.

Literatur: [1] BRADLEY, E. M., and M. PRUTTON: *J. Electronics and Control* **6**, 81 (1959). — [2] OLSON, C. D., and A. POHM: *J. Appl. Phys.* **29**, 274 (1958). — [3] FULLER, H. V. and M. E. HALE: *J. Appl. Phys.* **31**, 238 (1960). — [4] FUCHS E.: *Naturwissenschaften* **47**, 392 (1960). — [5] SMITH, D. C. *J. Appl. Phys.* **29**, 264 (1958). — [6] PROEBSTER, W. *F. Elektron. Rechenanlagen* **1**, 164 (1959). — [7] FELDTKELLE E.: *Z. angew. Phys.* **13**, 74 (1961). — [8] THOMAS, H.: *B. richte der Arbeitsgemeinschaft Ferromagnetismus 1959*. — [9] HUBER, E. E., D. O. SMITH and J. B. GOODENOUGH: *J. Appl. Phys.* **29**, 294 (1958). — [10] METHFESSEL, S., S. M. DELHOEK and H. THOMAS: *IBM-J.* **4**, 96 (1960). — [11] METHFESSEL, S., S. M. DELHOEK and H. THOMAS: *J. Appl. Phys.* **31**, Suppl., 302 S (1960). — [12] SHTRIKMAN, S., and D. TRIVES: *J. Appl. Phys.* **31**, Suppl., 147 S (1960).

Dr. ERNST FELDTKELLER,
Forschungslaboratorium der Siemens & Halske AG,
München

Die superparamagnetische Anfangssuszeptibilität bei beliebiger Anisotropie der Einzelkörner

VON ARTUR HAHN

(Eingegangen am 18. Oktober 1960)

1. Superparamagnetismus ohne Berücksichtigung der Anisotropie

Das superparamagnetische Verhalten kleiner ferromagnetischer Einbeizirkkörner ist physikalisch dadurch gekennzeichnet, daß die Relaxationszeit für die Einstellung des thermodynamischen Gleichgewichtszustandes sehr klein im Vergleich mit der Meßdauer ist.

Die Magnetisierung einer Gesamtheit superparamagnetischer Körner ist daher als thermodynamische Gleichgewichtsgröße nach der klassischen Langevin-Statistik berechenbar, die nur insofern modifiziert werden muß, als außer der potentiellen Energie der magnetischen Momente der Körner im Feld die Anisotropieenergie der Körner berücksichtigt werden muß. Im Falle verschwindender Anisotropie erhält man für die Magnetisierung einer aus N Körnern pro Volumeneinheit bestehenden Probe auf die bekannte Weise:

$$J(H, T) = \sum_{i=1}^N \mu_i L_{\infty} \left(\frac{\mu_i H}{kT} \right). \quad (1)$$

Bei denken wir uns die N Körner eines cm^3 der Probe mit dem Index i durchnummeriert, $\mu_i = v_i J_s^*$ bedeutet das Moment des i -ten Korns (v_i = Kornvolumen, J_s^* = spontane Magnetisierung des Kornmaterials), $L_{\infty}(x) = \coth x - \frac{1}{x}$ ist die klassische Langevin-Funktion und die übrigen Symbole haben ihre übliche Bedeutung. Die Einzelkörner sollen dabei nicht in magnetischer Wechselwirkung miteinander stehen.

Für große und kleine Argumente der Langevin-Funktion gelten die bekannten Entwicklungen; an Stelle eines einheitlichen Moments treten gewisse Mittelwerte, und zwar wird im einzelnen (die folgenden Formeln sind, abgesehen von Einzelheiten der Bezeichnung, identisch mit den von CAHN [1] angegebenen):

$$\frac{\mu_i H}{kT} \gg 1: \quad \frac{J}{J_s} = 1 - \frac{1}{\bar{\mu}} \frac{kT}{H} \quad (2)$$

$$\bar{\mu} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \mu_i; \quad (3)$$

$$\frac{\mu_i H}{kT} \ll 1: \quad \frac{J}{J_s} = \frac{H}{3kT} \cdot \frac{\bar{\mu}^2}{\bar{\mu}} \quad (4)$$

$$\bar{\mu}^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \mu_i^2. \quad (5)$$

$$\text{ist dabei:} \quad J_s = N \cdot \bar{\mu}. \quad (6)$$

2. Frühere Ansätze zur Berücksichtigung der Anisotropie

Die Gln. (2) und (4) bilden eine wichtige Grundlage für magnetischen Granulometrie im superparamagnetischen Gebiet. Sie gestatten die experimentelle Bestimmung von Momentmittelwerten und damit bei

bekannter spontaner Magnetisierung von Volumittelwerten, also Korngrößen. Deshalb erscheint die Frage sehr wichtig, ob die Formeln gültig bleiben, wenn man die Voraussetzung verschwindender Anisotropie der Körner fallen läßt.

Gl. (2) ist in vielen Fällen zu retten: Man braucht nämlich nur zu fordern, daß die Meßfelder genügend groß sind, damit die Feldenergie groß ist gegen die Anisotropieenergien. Diese Forderung ist dagegen fast nie zu erfüllen bei der Messung der Anfangssuszeptibilität, weil sie in fast allen Fällen mit der Forderung $\mu H/kT \ll 1$ in Widerspruch steht.

Bisher ist meines Wissens diese Frage in zwei Arbeiten behandelt worden: BEAN [2] zeigte 1955, daß Formel (4) richtig bleibt im Falle sehr starker positiv-einachsiger Anisotropie bei gleichmäßiger Richtungsverteilung der leichten Achsen. Die Anisotropie soll so stark sein, daß nur jeweils die beiden einander entgegengesetzten leichten Richtungen eines Korns vom Magnetisierungsvektor eingenommen werden können — eine sehr starke Einschränkung der Gültigkeit der Ableitung, wie man im einzelnen diskutieren kann.

KNAPPWOST und RUST [3] haben neuerdings dieselbe Frage theoretisch behandelt und finden bei einachsiger Anisotropie merkliche Abweichungen von Formel (4), ebenfalls bei gleichmäßiger Verteilung der Anisotropieachsen auf alle Raumwinkel. Diese Autoren finden für die Anfangssuszeptibilität

$$\kappa_a = \kappa_a^0 \left(1 - \frac{8K_1 v}{15kT} \right), \quad (7)$$

wobei κ_a^0 die Anfangssuszeptibilität im anisotropie-freien Fall nach Formel (4) ist und $K_1 v$ die Anisotropieenergieendifferenz zwischen Anisotropieachse und dazu senkrechter Ebene bedeutet.

Die im folgenden geschilderte Untersuchung steht mit diesem theoretischen Befund von KNAPPWOST und RUST im Widerspruch. Die Ursache dieses Widerspruchs dürfte darin liegen, daß jene Autoren ein mathematisch einfacheres Modell des wirklichen physikalischen Problems durchrechnen, während unsere im folgenden zu schildernden Rechnungen ohne eine solche Modellvereinfachung auskommen.

3. Berechnung der Anfangssuszeptibilität bei beliebiger Anisotropie der Einzelkörner und pauschaler Isotropie der Teilchengesamtheit

Die Anisotropie des i -ten Korns, die durchaus ein willkürliches Zusammenwirken von Form-, Spannungs- und Kristallanisotropie darstellen mag, läßt sich stets durch die Richtungsabhängigkeit einer Anisotropieenergie $\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)$ beschreiben. Dabei sollen φ, ϑ die beiden Winkelkoordinaten der Magnetisierungsrichtung in einem Polarkoordinatensystem mit ausgezeichneter Feldrichtung sein, ϑ ist also der Winkel zwischen μ und H und φ der Azimutwinkel von μ . Die die Feldrichtung enthaltenden Ebenen $\varphi = 0$ seien für alle Körner parallel, im übrigen willkürlich gewählt.

Wir wollen also beliebige Anisotropie der Einzelkörner zulassen, verlangen nur eine „pauschale Isotropie“ der Teilchengesamtheit, eine Voraussetzung, die weiter unten formuliert und diskutiert wird, und die eine Verallgemeinerung der Bedingung gleichmäßiger Richtungsverteilung der Anisotropieachsen bei einachsiger Anisotropie auf den Fall beliebiger Anisotropie darstellt. Dann läßt sich beweisen, daß Formel (4) richtig bleibt.

Die Boltzmann-Statistik liefert bei nicht-verschwindender Anisotropie für die Magnetisierung in Abhängigkeit von Feldstärke und Temperatur:

$$J(H, T) = \sum_{i=1}^N \frac{\int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \, e^{-[\varepsilon_i(\varphi, \vartheta) - \mu_i H \cos \vartheta]/kT} \mu_i \cos \vartheta}{\int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \, e^{-[\varepsilon_i(\varphi, \vartheta) - \mu_i H \cos \vartheta]/kT}} \quad (8)$$

Bei anisotropiefreien Körnern, d.h. verschwindenden ε_i , lassen sich die Integrale geschlossen darstellen und man erhält Formel (1).

Wir behaupten nun, daß unter den gleich zu formulierenden Voraussetzungen die Anfangssuszeptibilität

$$\chi_a = \left[\frac{\partial J(H, T)}{\partial H} \right]_{H=0} = \frac{J_s}{3kT} \cdot \frac{\bar{\mu}^2}{\mu} \quad (9)$$

ist. Diese Gleichung ist mit (4) identisch: die Anfangssuszeptibilität wird also durch die Anisotropie nicht geändert.

Diese Aussage gilt unter den folgenden Voraussetzungen:

1. Wir betrachten folgende, zunächst per definitionem von φ und ϑ abhängige Funktion:

$$F(\varphi, \vartheta, T) \equiv \sum_{i=1}^N \frac{\mu_i^2}{\gamma_i} e^{-\frac{\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)}{kT}} \quad (10)$$

Dabei soll bedeuten:

$$\gamma_i = \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \, e^{-\frac{\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)}{kT}} \quad (11)$$

Dann fordern wir als

Voraussetzung 1: $F = \text{const}(\varphi, \vartheta) = F(T)$:

F hängt bei der betrachteten Probe nicht von φ und ϑ ab.

2. Die zweite Voraussetzung lautet: Der Mittelwert der z -Komponente des Moments des i -ten Teilchens verschwindet im äußeren Feld 0:

Voraussetzung 2:

$$[\bar{\mu}_{iz}]_{H=0} \equiv \frac{\int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \, e^{-\frac{\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)}{kT}} \mu_i \cos \vartheta}{\gamma_i} = 0.$$

Weitere Voraussetzungen gehen in den Beweis nicht ein. Der Beweis ist im Anhang durchgeführt.

4. Diskussion der Voraussetzungen

Voraussetzung 2 ist bereits erfüllt, wenn die Anisotropieenergie des i -ten Korns in Richtung und Gegen-

richtung stets denselben Wert hat. Das ist aber bei allen Arten magnetischer Anisotropie der Fall, handelt es sich nun um Kristall-, Spannungs- oder Formanisotropie, so daß Voraussetzung 2 fast trivial ist.

Die erste Voraussetzung könnte man als die Bedingung „pauschaler Isotropie“ bezeichnen. Unter einer pauschal isotropen Probe verstehen wir die Ansammlung einer großen Zahl superparamagnetischer Körner, bei der keine Ausrichtung der Körner irgendeiner Art vorliegt — wie sie etwa entstanden sein könnte durch gerichtetes Aufdampfen, elektrolytisches Abscheiden, Einfrieren mit Magnetfeldausrichtung oder dergleichen, es soll, wenn dieser Ausdruck erlaubt ist, keine Textur vorliegen.

γ_i ist bis auf den Normierungsfaktor $1/4\pi$ nicht anderes als der über alle räumlichen Richtungen genommene Mittelwert der Größe $\exp(-\varepsilon_i/kT)$, hängt nicht von dem speziell gewählten, die Feldrichtung auszeichnenden Koordinatensystem ab, ist also eine dem betreffenden Teilchen zugeordnete temperaturabhängige physikalische Größe, die nicht von der Orientierung der Anisotropie des Teilchens relativ zum gewählten Koordinatensystem abhängt. Das selbe gilt für μ_i^2 . Die Einzelsummanden von $F(\varphi, \vartheta)$ werden wegen der Richtungsabhängigkeit der einzelnen $\exp(-\varepsilon_i/kT)$ durchaus von der vorgegebenen Richtung (φ, ϑ) abhängen, dagegen wird bei einer pauschal isotropen Probe wegen der regellosen Orientierung der Einzelanisotropien die Summe $F(\varphi, \vartheta)$ nicht von der Richtung (φ, ϑ) abhängen, da die Zahl sehr groß ist. Das ist aber genau Voraussetzung

Die Voraussetzung pauschaler Isotropie (Voraussetzung 1) ist sehr allgemein, sie ist bei allen texturfreien Proben erfüllt. Sie enthält als Spezialfall die von BEAN und KNAPPVOST und RUST gemachte Voraussetzung der „random orientation“, der gleichmäßigen Richtungsverteilung der Anisotropieachsen bei einachsiger Anisotropie.

Zusammenfassung

Es wird gezeigt, daß die superparamagnetische Anfangssuszeptibilität unter sehr weiten Voraussetzungen unabhängig von der Anisotropie der Einzelkörner ist. Als wesentliche Voraussetzung geht die Bedingung einer „pauschalen Isotropie“ der Teilchengesamtheit ein, eine Voraussetzung, die bei texturfreien Proben stets erfüllt ist.

Herrn Prof. E. VOGT möchte ich für sein freundliches Interesse an dieser Arbeit und viele wertvolle Diskussionen herzlich danken.

Anhang

Beweis von Gl. (9)

Wir führen folgende Abkürzungen ein:

$$f_i^{(\lambda)}(H, T) = \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \, e^{-[\varepsilon_i(\varphi, \vartheta) - \mu_i H \cos \vartheta]/kT} (\mu_i \cos \vartheta)^\lambda$$

Die $f_i^{(\lambda)}(H, T)$ genügen ersichtlich der Rekursionsformel:

$$\frac{\partial f_i^{(\lambda)}(H, T)}{\partial H} = \frac{1}{kT} f_i^{(\lambda+1)}(H, T).$$

Unter Benutzung der $f_i^{(1)}(H, T)$ können wir Gl. (8) schreiben:

$$J(H, T) = \sum_{i=1}^N \frac{f_i^{(1)}(H, T)}{f_i^{(0)}(H, T)} \quad (8)$$

erhalten durch Differenzieren nach H und anschließendes 0-Setzen von H :

$$\left. \frac{dJ}{dH} \right|_{H=0} = \kappa_a = \sum_{i=1}^N \frac{\frac{1}{kT} \{f_i^{(2)}(0, T) \cdot f_i^{(0)}(0, T) - [f_i^{(1)}(0, T)]^2\}}{[f_i^{(0)}(0, T)]^2}.$$

$f_i^{(2)}(0, T)/f_i^{(0)}(0, T)$ verschwindet nach Voraussetzung 2, daβ mit den Definitionen (10) und (11):

$$\begin{aligned} \kappa_a &= \frac{1}{kT} \sum_{i=1}^N \frac{f_i^{(2)}(0, T)}{f_i^{(0)}(0, T)} \\ &= \frac{1}{kT} \sum_{i=1}^N \frac{\int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \, e^{-\frac{\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)}{kT}} (\mu_i \cos \vartheta)^2}{\int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \, e^{-\frac{\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)}{kT}}} \\ &= \frac{1}{kT} \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \cos^2 \vartheta \sum_{i=1}^N \frac{\mu_i^2}{\gamma_i} e^{-\frac{\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)}{kT}} \\ &= \frac{1}{kT} \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \cos^2 \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi F(\varphi, \vartheta, T) \end{aligned}$$

rd. Wegen Voraussetzung 1 können wir $F(\varphi, \vartheta, T) =$ vor das Integral ziehen und erhalten, da der

Wert des verbleibenden bestimmten Integrals $4\pi/3$ ist:

$$\kappa_a = \frac{4\pi F(T)}{3kT}. \quad (12)$$

Zur Berechnung von $4\pi F(T)$ beachten wir, daß wegen Voraussetzung 1 und $\int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi = 4\pi$:

$$4\pi F(T) = \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \cdot F(T)$$

ist. Schreiben wir $F(T)$ gemäß (10) und (11) aus, so ergibt sich:

$$\begin{aligned} 4\pi F(T) &= \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi \sum_{i=1}^N \frac{\mu_i^2 e^{-\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)/kT}}{\int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi e^{-\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)/kT}} \\ &= \sum_{i=1}^N \mu_i^2 \frac{\int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi e^{-\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)/kT}}{\int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \sin \vartheta \, d\vartheta \, d\varphi e^{-\varepsilon_i(\varphi, \vartheta)/kT}} = N \bar{\mu}^2. \end{aligned}$$

Die letzte Identität gilt gemäß der Definition (5). Drücken wir N durch J_s und $\bar{\mu}$ nach (6) aus, so folgt durch Einsetzen von $4\pi F(T)$ in (12) die Behauptung (9).

Literatur: [1] CAHN, J.W.: Diskussionsbeitrag zu J.J. BECKER, J. Metals, AIME Trans. **209**, 59 (1957). — [2] BEAN, C.P.: J. Appl. Phys. **26**, 1381 (1955). — [3] KNAPPWOST, A., u. G. RUST: Z. Elektrochem. Ber. Bunsenges. phys. Chem. **63**, 701 (1959).

Dipl.-Phys. ARTUR HAHN, Abteilung für Metallphysik des Physikalischen Instituts der Universität Marburg

Messungen an superparamagnetischem Nickel auf Silikagel zur Frage der Korngrößenabhängigkeit der spontanen Magnetisierung

VON ARTUR HAHN

(Eingegangen am 18. Oktober 1960)

Durch Variation der Darstellungsbedingungen kann man die Korngröße von auf Silikagel abgelagerten Nickelteilchen variieren. Magnetische Messungen zeigen parallel zur Kornverfeinerung einen Übergang vom thermisch stabilen Einheitsmagnetismus ($H_c = 450$ Oe bei 81° K) zum superparamagnetischen Verhalten. Bei Kornlinearabmessungen von 40 \AA (Geldurchmesser) verhalten sich die Proben rein superparamagnetisch. Messungen der Temperaturabhängigkeit der langsauszeptibilität und der Magnetisierung in hohen Feldern bis 20000 Oe zeigen, wenn überhaupt, dann jedenfalls eine wesentlich geringere Erniedrigung der Curie-Temperatur nach früheren Messungen an dünnen Schichten und einzelnen Messungen an kleinen Teilchen vermutet wurde. Dieses

Ergebnis stimmt mit neueren Messungen an dünnen Nickel-schichten [1] und kleinen Kobaltausscheidungen in Kupfer [2] überein.

Eine ausführliche Veröffentlichung ist für 1961 in der Zeitschrift für Naturforschung vorgesehen.

Literatur: [1] NEUGEBAUER, C.A.: Phys. Rev. **116**, 1441 (1959). — [2] KNAPPWOST, A., A. ILLENBERGER u. L. J. NUÑEZ: Z. phys. Chem., N.F. **23**, 145 (1960).

Dipl.-Phys. ARTUR HAHN
Abteilung für Metallphysik
des Physikalischen Instituts der Universität Marburg

Eisen-Kobalt-Dauermagnetlegierungen mit Zusätzen von Vanadium und Chrom

A. Grundlagenuntersuchungen

Von W. BARAN, W. BREUER, H. FAHLENBRACH und K. JANSSEN

(Eingegangen am 15. Oktober 1960)

An einer Eisen-Kobalt-Vanadium-Chrom-Dauermagnetlegierung der Zusammensetzung 52% Co, 8% V, 4% Cr, Rest Fe wurden nach starker Kaltverformung durch Ziehen oder Walzen mit einer Querschnittsabnahme von über 90% und nach anschließenden Wärmebehandlungen bei Temperaturen zwischen 20 und 700° C folgende Eigenschaften gemessen: die magnetische Sättigung und ihre Temperaturabhängigkeit zwischen -200 und +700° C, die Koerzitivkraft und ihre Temperaturabhängigkeit zwischen -200 und +400° C, die Remanenz, das Drehmoment im Magnetfeld und die Anisotropieenergie, die Längsmagnetostriktion und ihre Temperaturabhängigkeit zwischen +20 und 400° C. Ferner wurden Vickershärten, Zerreißeigenschaften, E-Moduln und Wärmeausdehnungskoeffizienten in einzelnen Fällen bestimmt und elektronenmikroskopische Aufnahmen des Gefügezustandes gemacht. Die untersuchte Dauermagnetlegierung besteht aus einem feinen Zweiphasengefüge. Die kubisch-raumzentrierte α -Phase ist bei Temperaturen oberhalb Raumtemperatur allein ferromagnetisch. Die zweite Phase wird erst bei Temperaturen unterhalb Raumtemperatur ferromagnetisch. Auch

bei dieser Dauermagnetlegierung erfolgt die Magnetisierung und die Abmagnetisierung überwiegend über Drehprozesse. Die Dauermagneteigenschaften werden im wesentlichen nicht durch Kristallanisotropie oder Orientierungsüberstrukturen, sondern durch eine einachsige Anisotropie verursacht, entweder Form- oder Spannungsanisotropie ist. Eine Klärung der gemessenen magnetischen Eigenschaften war durch die zwangloser durch eine Anisotropie innerer Spannungen möglich, die nach einer Modellvorstellung bei der α - γ -Umwandlung, bedingt durch die scharfen Texturen beider Gefügebestandteile, entstehen. Es sind ferner Anzeichen vorhanden, daß die Umwandlungen der beiden Gefügebestandteile ineinander mit merkbaren Verschiebungen der chemischen Zusammensetzung oder des Ordnungsgrades insbesondere in der γ -Phase verbunden sind.

Eine ausführliche Veröffentlichung ist in den Techn. Mitt. Krupp 18, 81—90 (1960) erfolgt.

Dipl. phys. WERNER BARAN, Dr. WERNER BREUER,
Dr. HERMANN FAHLENBRACH und Dr. KLAUS JANSSEN
Friedrich Krupp Widia-Fabrik, Essen

Eisen-Kobalt-Dauermagnetlegierungen mit Zusätzen von Vanadium und Chrom

B. Praktische Anwendungen

Von H. FAHLENBRACH

(Eingegangen am 15. Oktober 1960)

Es wird über eine Auswahl von gegebenen Anwendungen (Drehmagnetmeßwerke, Fernsehkorrekturringe, Hysteresemotoren, Magnetogrammräger) von Eisen-Kobalt-Dauermagnetlegierungen mit Gehalten an Vanadium und/oder Chrom berichtet. Der verhältnismäßig hohe Rohstoffpreis und das Herstellungsverfahren beschränken den praktischen Einsatz dieser Werkstoffe auf Magnete kleiner Stückgewichte in der Größenordnung von 1 g und darunter. Die den Werkstoffen eigene Entmagnetisierungskurve (hohe Remanenz, kleine Koerzitivkraft) fordert zusätzlich Magnetabmessungen mit großer magnetischer Flußlänge bei kleinen Flußquerschnitten. Überall, wo diese Forderungen zu verwirklichen sind, bietet diese Werkstoffklasse wegen der großen Wirt-

schaftlichkeit im Herstellungsverfahren und der durch die Einfederung gegebenen einfachen Befestigungsmöglichkeiten Vorteile vor anderen Dauermagnetwerkstoffen bei praktischen Einsatz. Mit neueren Werkstoffen mit kleiner Koerzitivkraft, höheren Remanenzen und besser rechteckförmigen Hystereseschleifen wird die Grenze zu den magnetisch weichen Werkstoffen erreicht, womit möglicherweise weitere Anwendungen über den Rahmen der Dauermagnetwerkstoffe hinausgehend ermöglicht werden.

Eine ausführliche Veröffentlichung ist in den Techn. Mitt. Krupp 18, 91—96 (1960) erfolgt.

Dr. HERMANN FAHLENBRACH,
Friedrich Krupp Widia-Fabrik, Essen